

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

NGUYEN Manh-Hoat

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



CONTRIBUTION A L'ETUDE DES DIAGRAMMES DE KOSSEL.

APPLICATION A L'ETUDE DES TRICHITES ET DES DEPOTS ELECTROLYTIQUES DE NICKEL
SUR UN SUBSTRAT DE CUIVRE

Soutenue le 12 juillet 1974 devant la Commission d'Examen

Melle OFFRET

Président

M. MINN

M. POULIQUEN

M. BARBIER

} Examinateurs

N° d'Ordre : 6 (1974)

N° CNRS AO 10214

THESE

présentée devant l'UNIVERSITE de NANTES

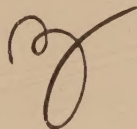
pour obtenir le grade de

DOCTEUR - INGENIEUR

par

NGUYEN Manh-Hoat

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE



CONTRIBUTION A L'ETUDE DES DIAGRAMMES DE KOSSEL.

APPLICATION A L'ETUDE DES TRICHITES ET DES DEPOTS ELECTROLYTIQUES DE NICKEL
SUR UN SUBSTRAT DE CUIVRE

Soutenue le 12 juillet 1974 devant la Commission d'Examen

Melle OFFRET

Président

M. MINN

M. POULIQUEN

M. BARBIER

} Examinateurs

UNIVERSITE DE NANTES

Président M. KERNEIS Médecine

Vice-Président M. SPARSEL Pharmacie

LISTE DES ENSEIGNANTS DES DISCIPLINES SCIENTIFIQUES -

Professeurs	M. BRILLOUET	Mathématiques
	M. PAUC	"
	M. PETRESCO	"
	M. RAFFIN	"
	M. PIRONNEAU (ENSM)	Mécanique
	M. RAVILLY (ENSM)	"
	M. TARDY (ENSM)	"
	M. AVIGNON	Physique
	M. BOULLOUD	"
	M. COLLET	"
	M. MINN	"
	M. MEZENECV (ENSM)	"
	M. MOUTON	"
	M. DUNOYER	Chimie
	M. GRAFF	"
	M. MARTIN	"
	M. PIERI	"
	M. QUINIOU	"
	M. ROUXEL	"
	M. WOJTKOWIAK	"
	Melle DEBRAUX	Biologie
	M. GARRIGUES	"
	Mme LE DOUARIN	"
	M. LE DOUARIN	"
	M. SELLIER	"
	M. CAVET	Sciences de la Terre
Professeurs associés	M. BRARD (ENSM)	Mécanique
Professeurs sans chaire	M. FOUQUES	Mathématiques
	M. IBISCH	"
	M. BARDON	Physique
	M. GOUREAUX	"
	M. LASKAR	"
	M. LE NOUR	"
	Melle OFFRET (ENSM)	"
	M. ROSIER	"

Professeurs sans chaire M. GOBIN (ENSM)

Chimie

M. TOURNOUX

«

M. CHABANEL

Biologie

M. DUPONT

«

M. SAUDRAY

«

M. OTTMANN

Sciences de la Terre

Maîtres de Conférences M. DHOMBRES

Mathématiques

M. DO (ENSM)

«

M. GATESOUE

«

M. GAPAILLARD

«

M. LAMEAU (ENSM)

«

M. LEBORGNE

«

M. PHAN-THE-LAI (Chargé d'Enseignement)

«

M. VOGEL

«

M. DUBIGEON (Chargé d'Enseignement ENSM) Mécanique

M. GUEVEL (ENSM)

«

M. SULMONT (ENSM)

«

M. VAUSSY (Chargé d'Enseignement ENSM)

«

M. VILAINE (ENSM)

«

M. CAILLER (IUT)

Physique

M. LE BIHAN

«

M. LE CORRE (IUT)

«

M. LE MAITRE

«

M. LONCKE

«

M. THOMAS (Chargé d'Enseignement IUT)

«

M. BOUCHY (IUT)

Chimie

M. LE MAITRE (Chargé d'Enseignement IUT)

«

Mme MARTIN

«

M. POINTEAU (ENSM)

«

M. AMOURIQ

Biologie

M. LEBRUN

«

Mme NICOLAS-PRATT

«

M. FORESTIER

Sciences de la Terre

M. NICOLAS

«

Secrétaire Général : M. LERAY

Introduction.

Chapitre I- Les lignes de défauts

I.1-Formation des défauts

I.2-Échelle de défauts

I.3-Forme géométrique des lignes de défauts

I.4-Contraste des lignes de défauts

I.5-Interprétation des lignes de défauts

I.5.1-Indices des défauts géométriques

I.5.2-Échelle des défauts géométriques

Ce travail a été effectué au Laboratoire de PHYSIQUE du METAL de l'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE de NANTES.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à Mademoiselle S. OFFRET, Directeur du Laboratoire qui a bien voulu nous accueillir dans son Laboratoire, et accepter la présidence de notre Jury.

Que Monsieur J.M. POULIQUEN, Maître-Assistant au Laboratoire de Physique du Métal trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour ses précieux conseils et pour l'honneur qu'il nous a fait de participer à la commission d'examen.

Que Monsieur le Professeur S.S. MINN, Monsieur R. BARBIER veuillent bien accepter mes remerciements pour l'honneur qu'ils me font de participer à la Commission d'Examen.

Nous remercions particulièrement Monsieur R. COZIC, de nous avoir fourni gracieusement les trichites faisant l'objet de notre étude.

Nous ne voudrions pas oublier dans ces remerciements tous les Techniciens, Chercheurs et Elèves qui nous ont aidé de près ou de loin à la réalisation de cette étude.

S O M M A I R E

Introduction.

<u>Chapitre I- ETUDE DES DIAGRAMMES DE KOSSEL.</u>	I
I.1-Formation des diagrammes	I
I.2-Sphère d' Ewald	6
I.3-Forme géométrique des lignes de Kossel	8
I.4-Contraste des lignes de Kossel	9
I.5-Intersections des lignes de Kossel	10
I.5.1-Indices des génératrices communes	10
I.5.2-Tracé des plans, axes des zones, symétrie	12
I.5.3-Intersections multiples	13
I.6-Projection stéréographique	14
I.6.1-Projection gnomonique	14
I.6.2-Projection stéréographique	15
<u>Chapitre 2- ETUDE DES TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER</u>	23
2.1-Dispositif expérimental	23
2.1.1-Longueur d'onde utilisée	25
2.1.2-L'épaisseur de l'échantillon	25
2.1.3-Temps d'exposition	27
2.1.4-Tension d'accélération	27
2.2-Préparation des trichites	27
2.3-Perfection des trichites	30
2.4-Indices des faces, fréquence de l'orientation	32
<u>Chapitre 3- DETERMINATION DES PARAMETRES CRISTALLINS</u>	39
3.1-Les méthodes de mesure	39
3.1.1-Méthode de LONSDALE	39
3.1.2-Méthode de HEISE	40
3.1.3-Méthode analytique	42
3.1.4-Méthode générale	45
3.2-Mesure des paramètres des trichites de cuivre et de fer par la méthode générale	47
3.2.1-Mesures du paramètre d'un monocristal de Cu	50
3.2.2-Mesures sur les trichites	52

3.2.2.I-Trichites de cuivre	52
3.2.2.2-Trichites de fer	56

<u>Chapitre 4-</u>	<u>ETUDE DES DEFORMATIONS ET DE LA RUPTURE DES TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER</u>	62
4.1-	Déformation par traction des trichites de Cu.	62
4.2-	Etude des ruptures de trichites de Cu. et de Fe.	70

<u>Chapitre 5-</u>	<u>ETUDE DES DEPOTS EPITAXIQUES DU NICKEL SUR LEURS SUBSTRATS MONOCRISTALLINS DE CUIVRE</u>	73
5.1-	Croissance épitaxiale et croissance texturée des dépôts électrolytiques	73
5.1.1-	Croissance épitaxiale	73
5.1.2-	Croissance texturée	73
5.2-	Etudes expérimentales	74
5.2.1-	Préparation des dépôts	74
5.2.2-	Microdiffraction des dépôts avec leur support	74
5.2.2.1-	Relation épitaxiale	75
5.2.2.2-	Structure des dépôts de nickel	78
5.2.2.3-	Mesures des paramètres	82

Conclusion	84
------------	----

Bibliographie	
---------------	--

Annexe	
--------	--

INTRODUCTION

La diffraction d'un monocristal par un faisceau de rayons x divergents est connue depuis longtemps par les travaux de Rutherford et Andrade [1] , Seeman [2] .

Kossel [3] a utilisé un échantillon de Cuivre comme anticathode d'un tube à rayons X pour étudier la structure et les paramètres. Il a démontré que la méthode pourrait être utilisée pour la détermination des paramètres cristallins avec une grande précision. Dès lors, les diagrammes de diffraction obtenus par ce principe sont connus comme diagrammes de KOSSEL.

Ces diagrammes sont utilisés également dans l'étude de l'interaction d'un faisceau de rayons X divergents avec les plans cristallins. Ils fournissent une méthode expérimentale dans l'étude de la théorie dynamique de diffraction des rayons X [4] . Les études des cristaux mosaïques pourront être réalisées par cette méthode [5] ...

Le problème principal que l'on rencontre dans l'utilisation de cette méthode avec des tubes à rayons X classiques se résume dans l'obtention d'un faisceau de rayons X très divergents c'est-à-dire une source RX quasi ponctuelle.

L'invention de la microsonde électronique de Castaing [6] permet de résoudre une grande partie du problème. Dans ce dernier temps grâce aux progrès des moyens de calculs et la perfection des microsondes, cette technique connaît un grand développement et se montre comme un moyen puissant pour résoudre de nombreux problèmes posés aux cristallographes, aux métallurgistes, ...

Nous allons utiliser cette technique à l'étude des trichites de cuivre et de fer. Après une étude théorique de la méthode, nous appliquerons la méthode pour examiner les trichites et quelques dépôts électrolytiques du nickel.

CHAPITRE 1

ETUDE DES DIAGRAMMES DE KOSSEL

1.1 - FORMATION DES DIAGRAMMES

La propagation d'un faisceau de rayons X divergents dans un milieu monocristallin produit des cônes de diffraction dans des directions bien déterminées, suivant la symétrie du réseau ainsi que l'orientation des plans cristallins.

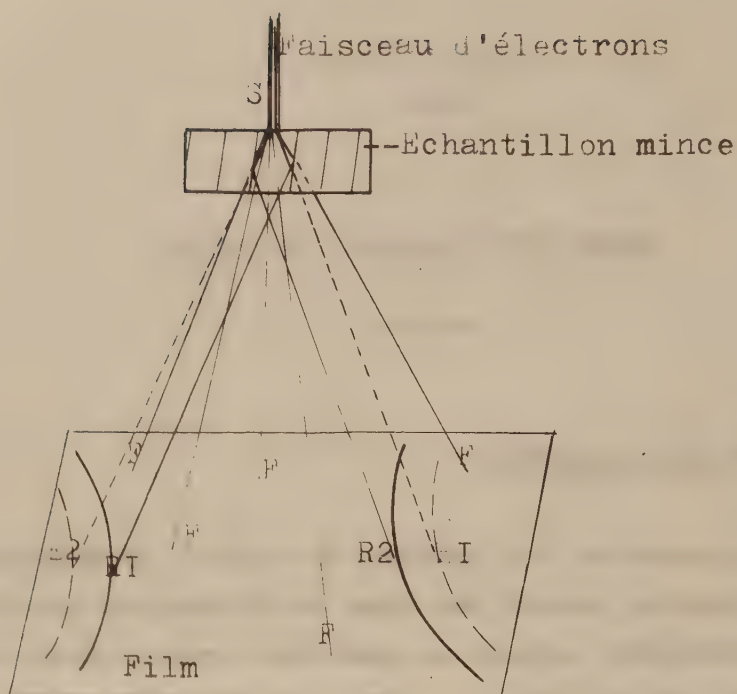
L'intersection de ces cônes de diffraction par un film radiographique laisse apparaître sur ce dernier des sections coniques correspondant aux différentes composantes monochromatiques du faisceau incident telles que K_{α_1} , K_{α_2} , K_{β} ... Ces figures sont accompagnées par un fond continu dû aux rayons X non diffractés et au spectre continu de la radiation primaire.

Les diagrammes ainsi obtenus sont des diagrammes de KOSSEL ou pseudo-KOSSEL, selon que la source des rayons X se trouve à la surface du cristal ou à l'intérieur de celui-ci. Les sections coniques enregistrées sont des lignes de KOSSEL.

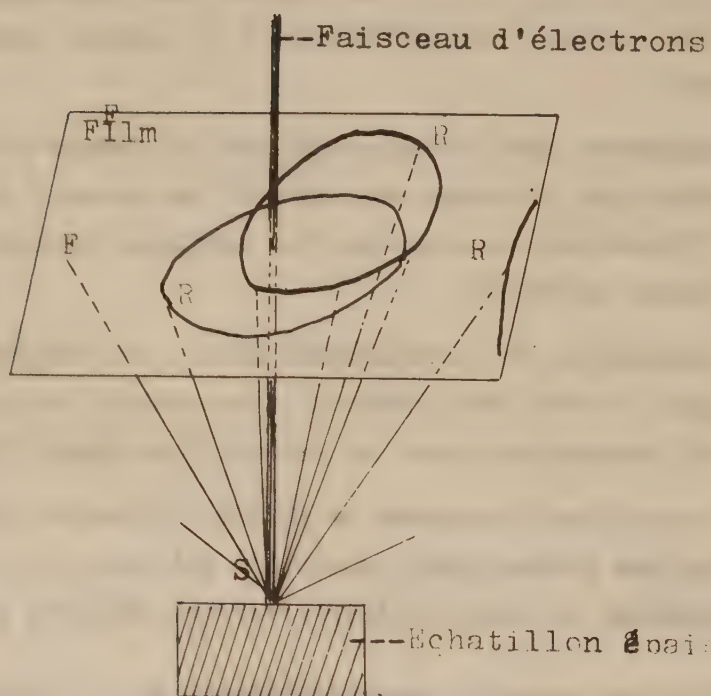
Si l'échantillon est suffisamment mince, des diagrammes de KOSSEL par transmission peuvent être obtenus ; par contre, les diagrammes par réflexion sont nécessaires pour les échantillons épais (fig. 1).

Pour obtenir les diagrammes de KOSSEL (ou pseudo-KOSSEL), il faut donc produire une source quasi ponctuelle qui donne un faisceau de rayons X divergents. On peut utiliser l'une des méthodes suivantes :

a - Emissions des rayons X caractéristiques sous l'excitation d'un faisceau d'électrons dans une microsonde [7] ou dans un microscope électronique [8] .

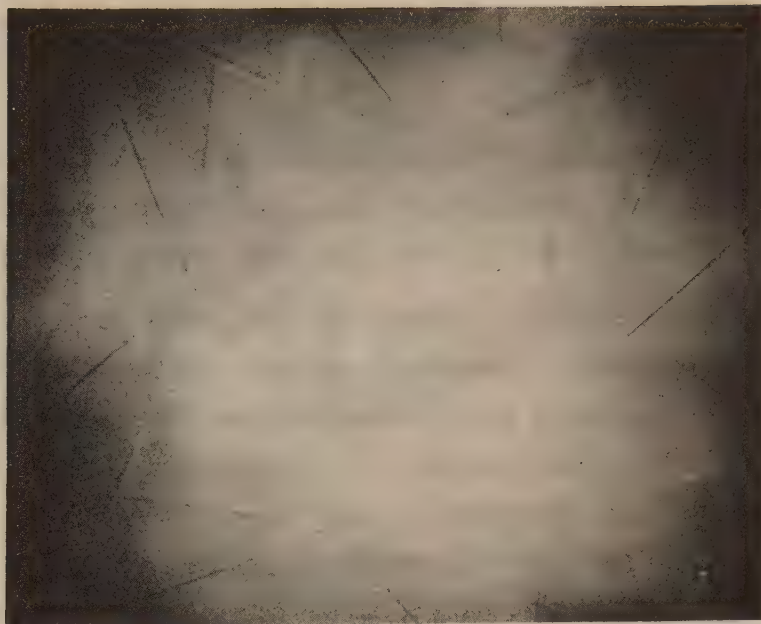


A-TRANSMISSION

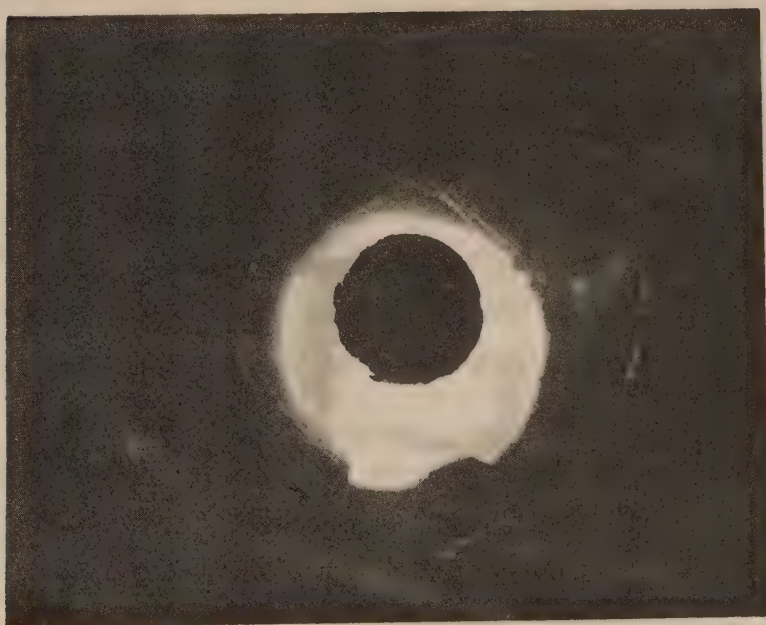


B-REFLEXION

Fig. 1-Formation des lignes de KOSSÉL.



a-Transmission.



b-Réflexion.

fig. 2- Diagrammes de pseudoKOSSEL de l'aluminium.
Plan (100). $\theta = 10^\circ$ $\lambda = 0,71 \text{ \AA}$

b - Emissions X de fluorescence sous l'excitation d'un faisceau de rayons X [9] .

On observe de nombreuses lignes de KOSSEL sombres et claires sur un diagramme par transmission (fig. 2a), tandis que sur un diagramme par réflexion (fig. 2b) il n'y a que des lignes claires.*

L'explication de l'existence simultanée de ces lignes de KOSSEL exige le recours à la théorie dynamique des rayons X [9] . On peut donc construire par cette théorie des courbes théoriques donnant la distribution d'intensité en fonction de la fréquence dans la ligne de transmission relative au rayonnement utilisé et aux plans (hkl) considérés (fig. 3) [10] . Ces courbes présentent un maximum qui correspond à un excès de l'intensité des rayons X caractéristiques diffractés sur les plans (hkl) suivant la loi de BRAGG :

$$2d \sin \theta = n \quad (1.1)$$

(Dans cette formule, θ est l'angle de BRAGG, d est la distance réticulaire, (hkl) est la longueur d'onde utilisée et n est l'ordre de diffraction).

Ce maximum est observé en ligne de KOSSEL claire sur un fond continu gris (diagramme par transmission) ; le minimum de cette courbe correspond aux lignes de KOSSEL sombres dont l'intensité transmise est fortement atténuée par l'absorption et par l'extinction du milieu cristallin.

L'intensité des lignes de KOSSEL peut être déterminée expérimentalement à l'aide des microphotogrammes (fig. 3b).

Les plans (hkl) donnent également des lignes de KOSSEL symétriques aux lignes (hkl).

Le nombre de lignes de KOSSEL observées est fonction de la symétrie du réseau, du facteur de structure, de l'orientation du cristal et des conditions expérimentales. Le choix de l'utilisation des diagram-

* Observations sur les photos positives, les résultats sont inverses sur les films.

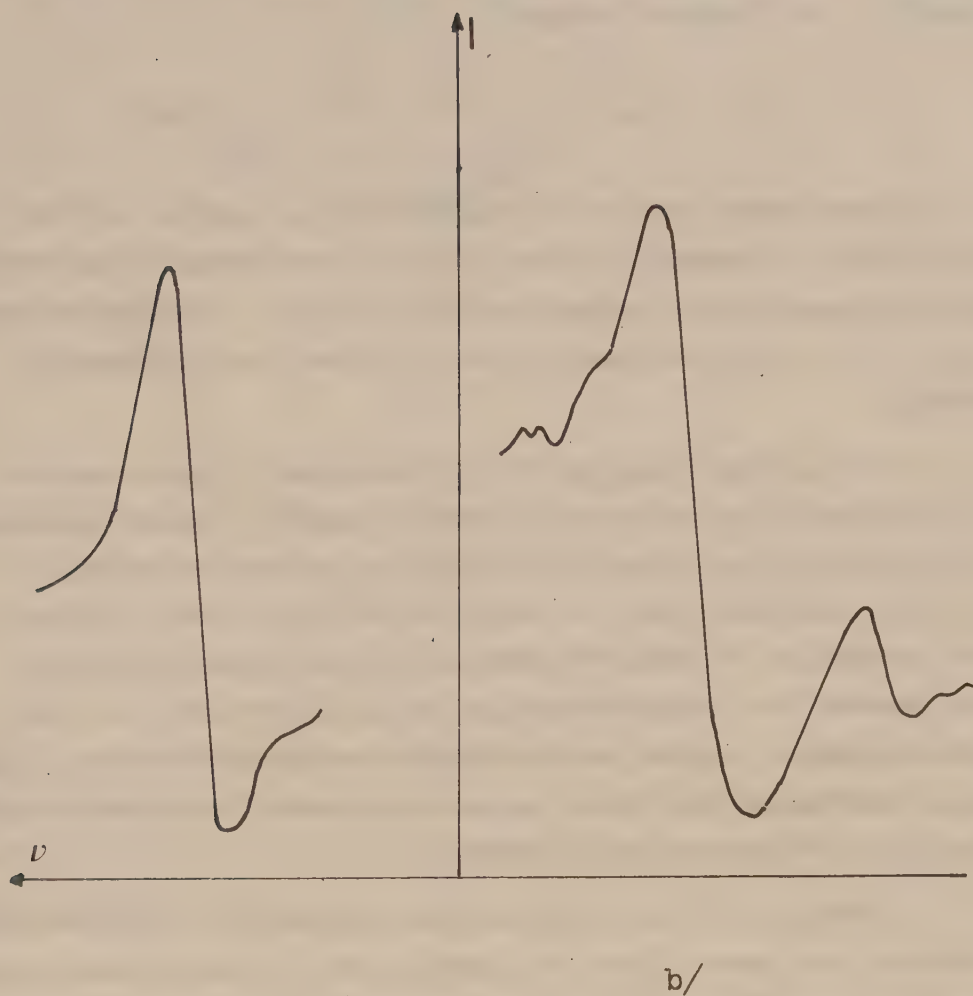


fig. 3-Profil calculé (a) et microphotogramme (b)
d'une ligne d'extinction ($10\bar{1}1$) du quartz
sous la radiation $\text{Cu-K}\alpha$ d'après [10] .

mes de KOSSEL ou pseudo-KOSSEL est fixé par la relation (I). Suivant cette formule, à la limite on obtient :

$$n \lambda \leq 2d \quad (1.1a)$$

En considérant que des diffractions du 1er ordre, les diagrammes de KOSSEL ne peuvent pas être utilisés dans certains cas précis (Aluminium sous ses propres radiations AlK_{α} ou AlK_{β} , Magnésium sous MgK_{α} , MgK_{β} ...). Dans ces cas, on doit utiliser les diagrammes de pseudo-KOSSEL.

La largeur des lignes de KOSSEL transmises (lignes sombres) est moins importante que celle des lignes diffractées (lignes claires). Dans cette dernière, une largeur additionnelle due aux réflexions simultanées des plans (hkl) dans la condition de BRAGG vient s'ajouter à la largeur naturelle initiale. On remarque que les lignes de KOSSEL claires ne peuvent être enregistrées que si la diffraction a eu lieu près de la surface du cristal (côté de la transmission des rayons X [11]). Les rayons X diffractés près de la source des rayons X sont perdus par des réflexions multiples et par absorption.

La formation et les propriétés des diagrammes de pseudo-KOSSEL sont semblables aux descriptions précédentes, dans la suite nous ne parlerons que des diagrammes de KOSSEL par transmission, il en est de même pour les diagrammes par réflexion.

1.2 - SPHERE D'EWALD

La génération des lignes de KOSSEL peut être interprétée à l'aide de la construction de la sphère d'Ewald.

A partir de l'origine O du réseau réciproque, on construit une sphère de centre E, de rayon $1/\lambda$ (λ est la longueur d'onde utilisée) passant par O (fig. 4).

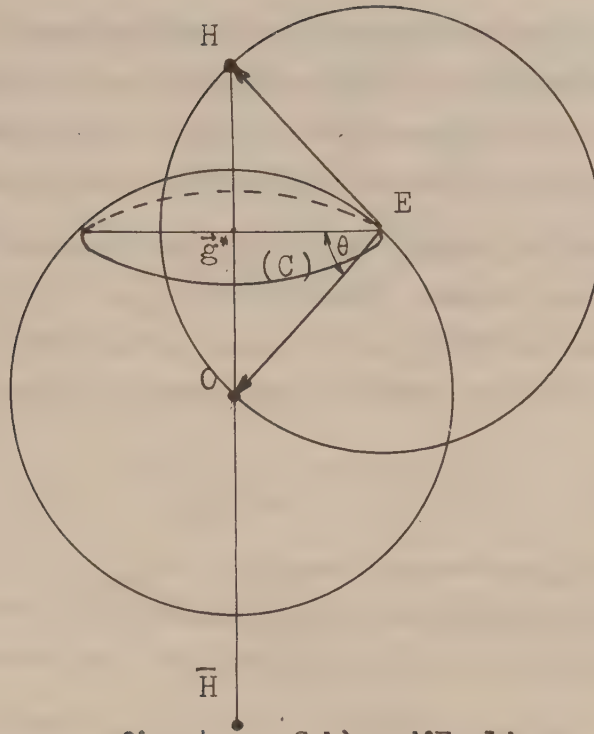


fig. 4 - Sphère d'Ewald

La diffraction correspondant au vecteur $\vec{EO}$ n'est obtenue que si la sphère d'Ewald passe par un noeud H du réseau réciproque. En effet, si $\vec{g}^*$ est un vecteur du réseau réciproque ($|\vec{g}^*| = \frac{1}{d}$), suivant la figure 4 on a :

$$|\vec{HO}| = |\vec{g}^*| = 2 |\vec{OE}| \sin \theta \quad (1.2)$$

$$\text{d'où} \quad \frac{1}{d} = \frac{2}{\lambda} \sin \theta \quad (1.3)$$

Nous retrouvons la relation (1). Puisque dans la méthode des diagrammes de KOSSEL, les vecteurs $\vec{EO}$ sont de direction variable, le lieu géométrique des centres E est donc un cercle C qui n'est autre que l'intersection du cône de KOSSEL de sommet O avec la sphère (O, $1/\lambda$).

En raison de symétrie, le vecteur réciproque $\vec{OH} = -\vec{g}^*$ diffracte également, son cône de KOSSEL est symétrique avec le premier par rapport à O.

Quand λ varie, la longueur $|\vec{EO}|$ varie, le point E se déplace

tout en restant dans le plan miroir de $\vec{OH}$ qui est également la limite de la première zone de Brillouin du réseau réciproque. Le plan de KOSSEL est parallèle à ce plan et passe par le noeud H du réseau réciproque ; la sphère de réflexion a pour centre O et pour rayon $2/\lambda$.

Cette construction permet de prévoir les intersections des lignes de KOSSEL pour une longueur d'onde donnée ; en effet suivant la valeur de λ , deux cônes de KOSSEL quelconques, qui donnent lieu aux diffractions, peuvent avoir des génératrices communes ou non (fig. 5).

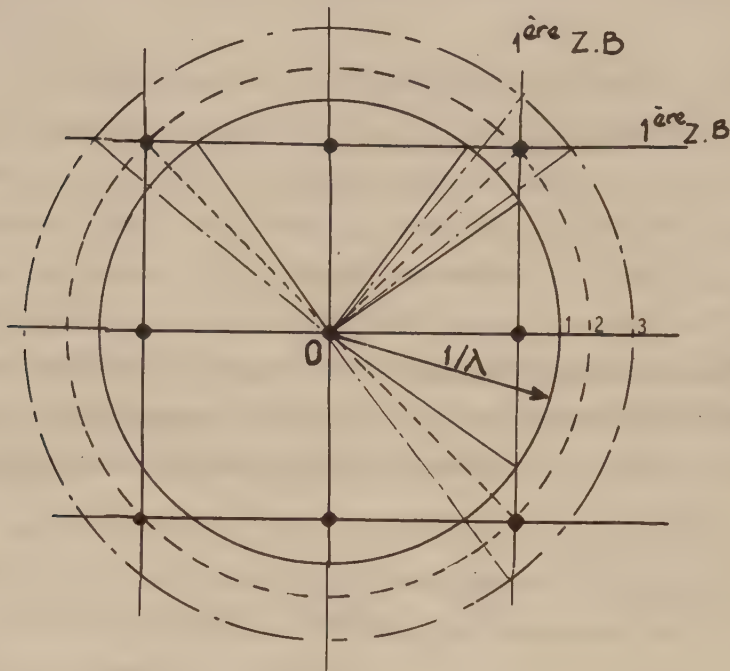


fig. 5 - Intersection des cônes de Kossel

1.3 - FORME GEOMETRIQUE DES LIGNES DE KOSSEL

La forme géométrique d'une ligne de Kossel (conique ou cercle) est liée à l'angle de Bragg θ et à l'angle ϕ que fait le plan (hkl) avec la face d'entrée du cristal (fig. 6).

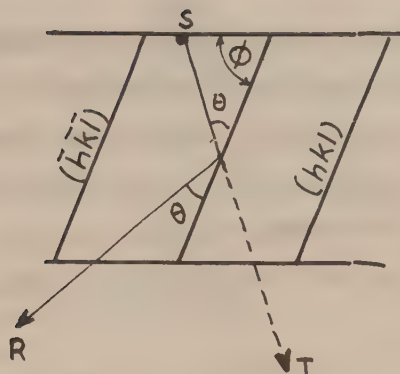


fig. 6 - Définition ϕ

a - $\phi > \theta$: les coniques sont des branches d'hyperbole ; ces coniques ne sont observables que sur les diagrammes par transmission et elles ne figurent pas dans les diagrammes par réflexion.

En général, les hyperboles se présentent par paire, leur symétrie est formée par la diffraction simultanée des plans (hkl) et $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$. Suivant la figure 1, les lignes sombres se trouvent à l'extérieur et bordent les lignes claires. Ces deux lignes sont parallèles (la ligne sombre possède les indices (hkl) tandis que la ligne claire est de $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$). La distance qui sépare ces deux lignes est fonction de l'épaisseur de l'échantillon et des indices (hkl) . La concavité des hyperboles est tournée vers l'extérieur (fig. 2a).

b - $\phi = \theta$ Les coniques observées correspondent donc aux paraboles. Elles sont observées aussi bien par transmission que par réflexion.

c - $\phi < \theta$ On obtient dans ce cas des ellipses, les diagrammes de Kossel par réflexion ne contiennent que ce type de lignes.

d - $\phi = 0$ Quand il existe une famille de plans (hkl) parfaitement parallèle au film; ces lignes sont rarement observées dans la pratique.

1.4 CONTRASTE DES LIGNES DE KOSSEL

Si la méthode des diagrammes de KOSSEL par réflexion ne pose

aucun problème sur le choix de l'épaisseur de l'échantillon, on parle de contraste des lignes de Kossel par transmission ; ce contraste résulte de l'inégalité de l'absorption normale des rayons X non diffractés et des rayons X diffractés dans les conditions de Bragg sur les plans (hkl). Le calcul de contraste conduit à un choix de l'épaisseur optimale de l'échantillon suivant une relation simple [5] :

$$\mu x = 1 \quad (1.4) \quad \left(\begin{array}{l} \mu = \text{coefficient d'absorption linéaire} \\ x = \text{épaisseur de l'échantillon optimale.} \end{array} \right.$$

1.5 - INTERSECTIONS DES LIGNES DE KOSSEL

Nous avons vu au paragraphe 1.2, la condition de formation des intersections des lignes de Kossel. Tous les cônes de Kossel possèdent un sommet commun qui est la source ponctuelle des RX ; les intersections des lignes de Kossel correspondent donc à l'intersection des génératrices communes des cônes de Kossel avec le plan film. Cette propriété peut être utilisée dans la détermination des paramètres et de l'orientation du cristal.

1.5.1 - Indices des génératrices communes [12]

On considère deux cônes de Kossel $(hkl)_1$ et $(hkl)_2$ de distances réticulaires respectives d_1 et d_2 . Ces deux cônes sont entrés dans l'intersection suivant deux génératrices communes SG_1 et SG_2 (fig. 7).

Soit ϕ l'angle formé par les normales aux plans $(hkl)_1$ et $(hkl)_2$; $\vec{U}_1$ sont des vecteurs unité et portés par les axes des cônes $(hkl)_1$ et $(hkl)_2$. On définit un vecteur $\vec{U}_3$ tel que $\vec{U}_3 \parallel \vec{U}_1 \times \vec{U}_2$

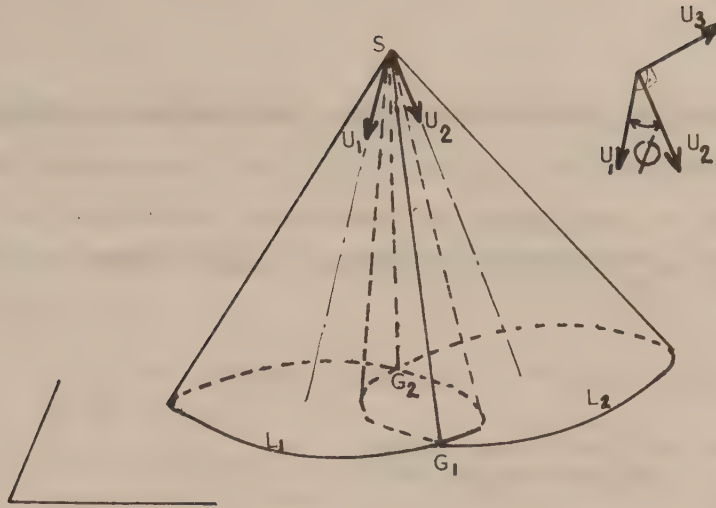


fig. 7 - Intersections des cônes de Kossel

Le vecteur $\vec{r}$ d'une génératrice commune SG_i est déterminé par ses composantes α_i dans le repère $\vec{U}_1, \vec{U}_2, \vec{U}_3$:

$$\vec{r} = \alpha_1 \vec{U}_1 + \alpha_2 \vec{U}_2 + \alpha_3 \vec{U}_3 \quad (1.5)$$

Les composantes α_i sont fonction de $\lambda_1, d_1, d_2, \phi$: [12] :

$$\alpha_1 = \frac{\lambda}{2 \sin^2 \phi} \left(\frac{1}{d_1} - \frac{1}{d_2} \cos \phi \right) \quad (1.6a)$$

$$\alpha_2 = \frac{\lambda}{2 \sin^2 \phi} \left(\frac{1}{d_2} - \frac{1}{d_1} \cos \phi \right) \quad (1.6b)$$

$$\alpha_3 = \pm \sqrt{1 - \alpha_1^2 - \alpha_2^2 - 2 \alpha_1 \alpha_2 \cos \phi} \quad (1.6c)$$

Le signe de α_3 est donné par la convention suivante :

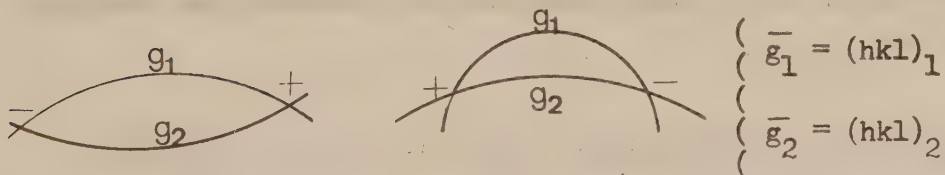


fig. 8 - Signe de α_3

Dans le cas des systèmes cubiques, les indices de Miller des $\vec{U}_j$ sont :

$$\vec{U}_j = \frac{[h_j \ k_j \ l_j]}{(h_j^2 + k_j^2 + l_j^2)^{1/2}} \quad (1.7) \quad \text{avec } j = 1, 2$$

$$\vec{U}_3 = \frac{[U \ V \ W]}{(U^2 + V^2 + W^2)^{1/2}} \quad \begin{cases} U = k_1 l_2 - k_2 l_1 \\ V = l_1 h_2 - l_2 h_1 \\ W = h_1 k_2 - h_2 k_1 \end{cases} \quad (1.8)$$

$$\text{Les distances réticulaires } d_j = \frac{a}{[h_j^2 + k_j^2 + l_j^2]^{1/2}} \quad (1.9)$$

a = paramètre du réseau, l'angle ϕ est donné par :

$$\cos \phi = \frac{\vec{U}_1 \cdot \vec{U}_2}{|\vec{U}_1| |\vec{U}_2|} \quad (1.10)$$

L'angle β entre deux génératrices communes est calculé d'après :

$$\cos \beta = 1 - 2 \alpha^2 \frac{\lambda^2}{2 \sin^2 \phi} \left(\frac{1}{d_1^2} + \frac{1}{d_2^2} - \frac{2 \cos \phi}{d_1 d_2} \right) - 1 \quad (1.11)$$

On peut calculer l'orientation du cristal à partir des mesures simples en utilisant les données ci-dessus.

1.5.2 - Tracé des plans, axe des zones, symétrie

Soit $(h_o \ k_o \ l_o)$ le plan formé par deux génératrices communes $\vec{U}_1$ et $\vec{U}_2$, on a :

$$(h_o \ k_o \ l_o) = d_1^2 (h_1 \ k_1 \ l_1) - d_2^2 (h_2 \ k_2 \ l_2) \quad (1.12)$$

La trace de $(h_o \ k_o \ l_o)$ sur le film s'obtient en joignant les deux points d'intersection des deux lignes de Kossel correspondantes.

La position de ce plan est indépendante de la longueur d'onde λ utilisée. Un déplacement de ce plan implique un changement de symétrie du réseau, les variations isotropes des paramètres se manifestent par une variation de position des points d'intersection le long de la trace du plan $(h_o k_o l_o)$.

Pour les cristaux cubiques, la formule (12) s'écrit :

$$(h_o k_o l_o) = \frac{(h_1 k_1 l_1)}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)^{1/2}} - \frac{(h_2 k_2 l_2)}{(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)} \quad (1.12a)$$

Les traces des miroirs et les axes de symétrie sont reconnus de la même façon sur les diagrammes de Kossel.

1.5.3 - Intersections multiples

Dans l'éventualité où plusieurs lignes de Kossel se coupent en un point, on parlera d'intersection multiple,

deux cas possibles :

a - L'intersection multiple se produit pour une longueur d'onde particulière ; une variation de cette longueur d'onde entraîne la disparition de l'intersection multiple.

b - L'intersection dépend simplement de la symétrie du réseau cristallin. Dans ce cas, une variation de longueur d'onde n'affecte pas l'existence de cette intersection.

Dans le cas simple où trois lignes de Kossel $(h_j k_j l_j)$ ($j = 1, 2, 3$) entrent en intersection en deux points, les indices $(h_j k_j l_j)$ de ces trois plans doivent satisfaire à la condition :

$$| h_j k_j l_j | = 0 \quad (1.13)$$

Autrement dit, ces plans doivent appartenir à la même zone. Si l'intersection ne se produit qu'en un seul point, les plans $(h_j k_j l_j)$ ne sont pas à la même zone ; ce résultat est obtenu par une combinaison des paramètres du réseau et de la longueur utilisée. C'est l'exploit-

tation de ce cas qui a permis à Lonsdale [11] de calculer les paramètres du diamant avec une grande précision.

1.6 - PROJECTION STEREOGRAPHIQUE

Les lignes de Kossel peuvent être indexées à l'aide d'une des méthodes suivantes :

1.6.1 - Projection gnomonique

Une ligne de Kossel (hkl) est considérée comme la projection à partir du centre S (source X) d'un cercle de Kossel correspondant sur un film placé à une distance D de S (fig. 9).

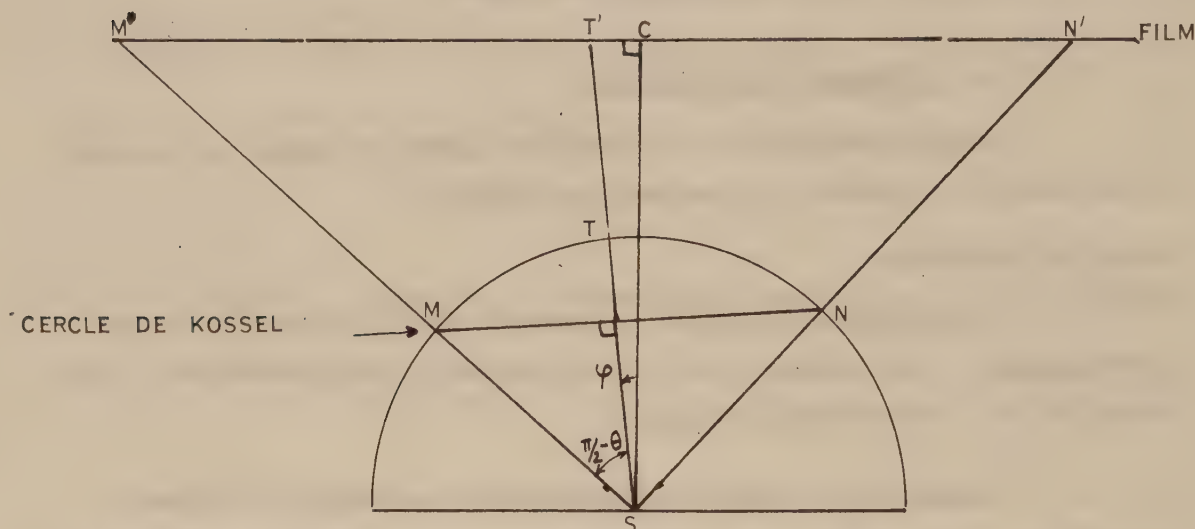


Fig. 9 - Projection gnomonique

Dans cette projection, si φ n'est pas nul, la projection de n'importe quel cercle de Kossel MN sera une conique M'N' sur le film. Un point T de la sphère de réflexion est lié à sa projection par la relation

$$CT' = SC \operatorname{tg} \varphi \quad (2.1)$$

Les projections correspondent aux lignes de Kossel réellement observables. La construction d'un diagramme type de projection est très compliquée et nécessite beaucoup de temps. Pour simplifier le problème,

on a recours à la projection stéréographique.

1.6.2 - Projection stéréographique

Une des caractéristiques de cette projection est que la projection d'un cercle sur un plan équatorial demeure un cercle. Les projections des cercles de Kossel sur un plan parallèle au film, seront des cercles dont on calculé aisément la position du centre et le rayon correspondant (fig. 10).

Les projections ne correspondent pas au diagramme réel, mais la construction des diagrammes types est plus facile que dans le cas précédent.

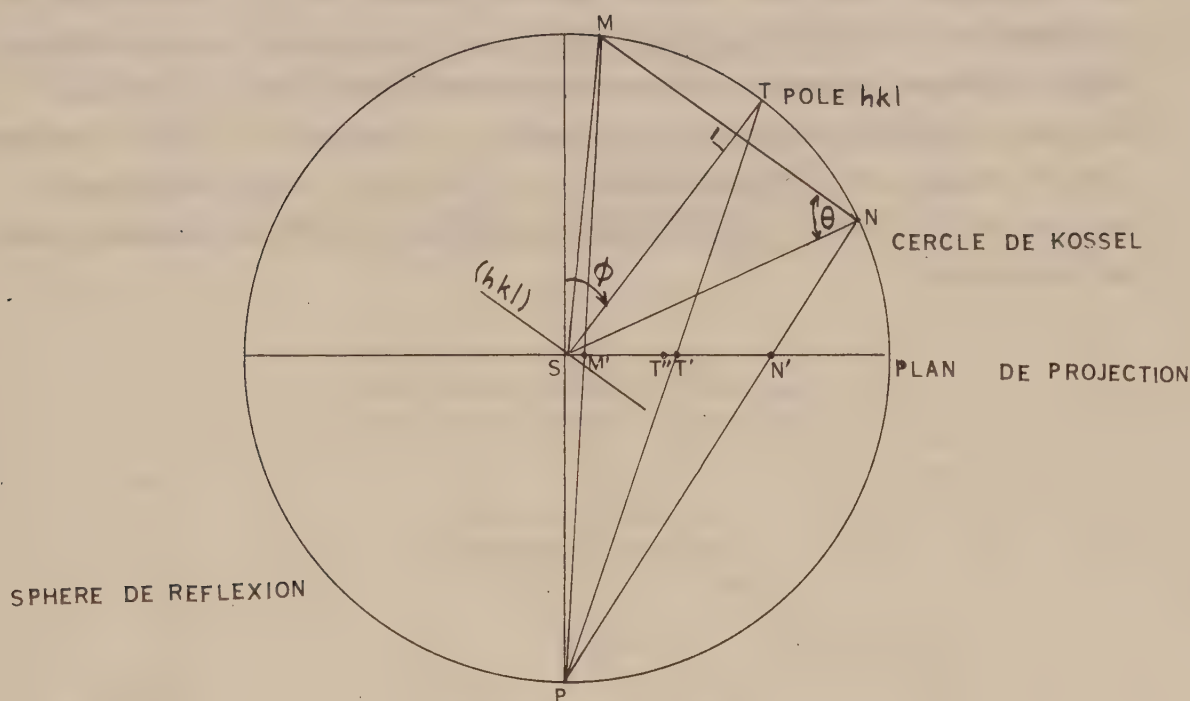


Fig. 10 - Projection stéréographique

On remarque que le centre T'' des projections ne coïncide pas avec la projection T' de T. Soit R le rayon de la sphère de réflexion, le centre T'' et le rayon T''N' sont obtenus par les relations suivantes :

$$T''N' = \frac{R}{2} \left[\operatorname{tg} \frac{1}{2} \left(\phi + \frac{\pi}{2} - \theta \right) - \operatorname{tg} \frac{1}{2} \left(\phi + \theta - \frac{\pi}{2} \right) \right]$$

$$ST'' = \frac{R}{2} \left[\operatorname{tg} \frac{1}{2} \left(\phi + \theta - \frac{\pi}{2} \right) + \operatorname{tg} \frac{1}{2} \left(\phi + \frac{\pi}{2} - \theta \right) \right] \quad (2.2)$$

Les formules (2.1) et (2.2) permettent un tracé automatique des diagrammes préalablement choisis ; en général dans la pratique, il suffit de préparer à l'avance quelques diagrammes de directions simples telles que $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ pour les cubiques ou $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ etc... pour les hexagones compacts. Ces diagrammes types sont comparés ensuite avec les diagrammes obtenus pour indexer les lignes de Kossel.

Nous avons élaboré un programme de traçage automatique en langage FORTRAN IV suivant une méthode décrite par Tixier et Col [13]. Les diagrammes types sont obtenus par un traceur IBM 1132 tandis que le programme est traité par un IBM 1130. Dans ce programme, nous utilisons comme référence un système d'axes orthonormés dont l'axe Oz coïncide avec une direction simple citée ci-dessus, le centre et le rayon des cercles de Kossel sont définis suivant (2.1) et (2.2). Selon les valeurs de ϕ et de $(\frac{\pi}{2} - \theta)$, sur le dessin, une ligne (hkl) se présente comme ci-dessous :

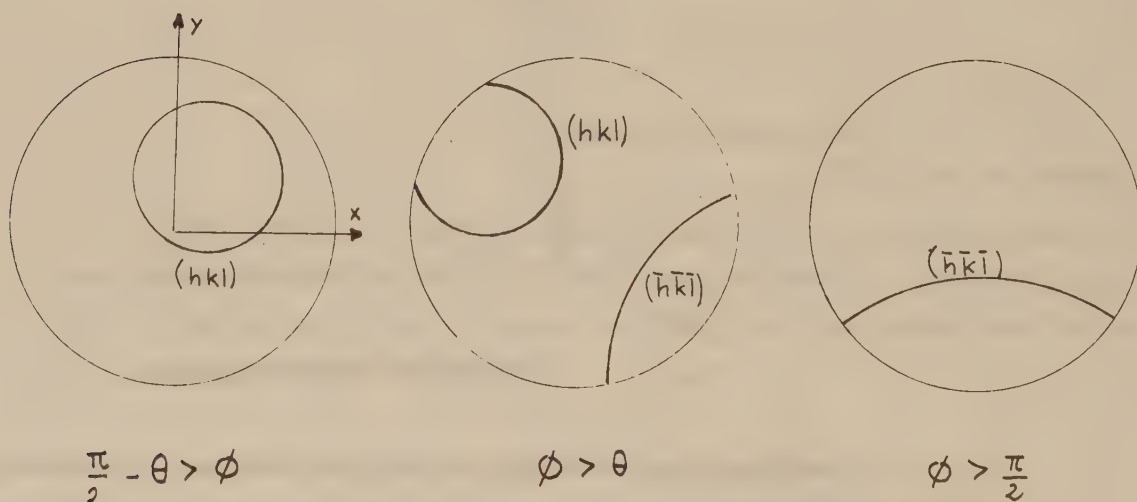
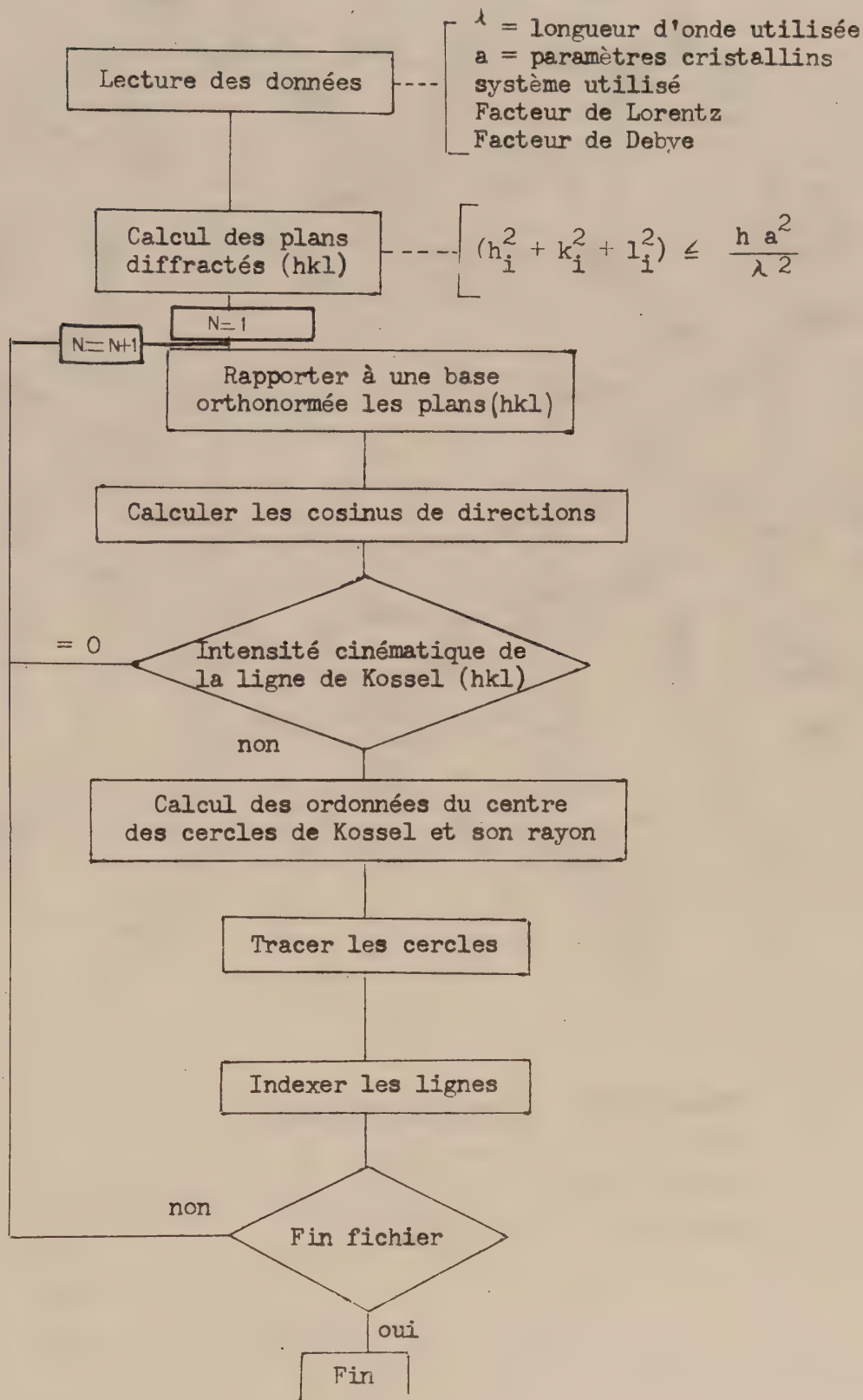
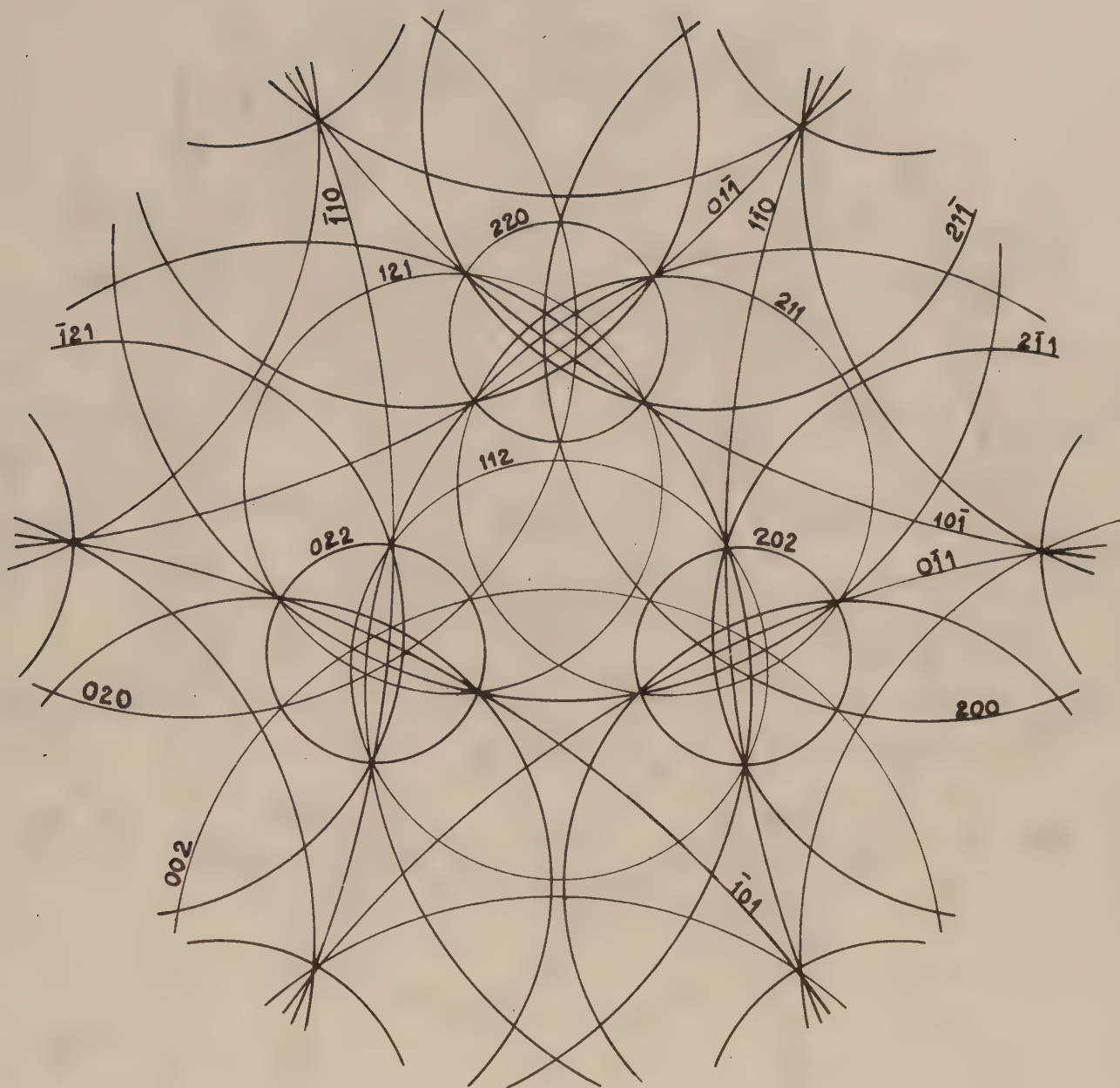


Fig. 11 - Projection stéréographique de (hkl)

Le calcul s'est effectué suivant le schéma suivant :



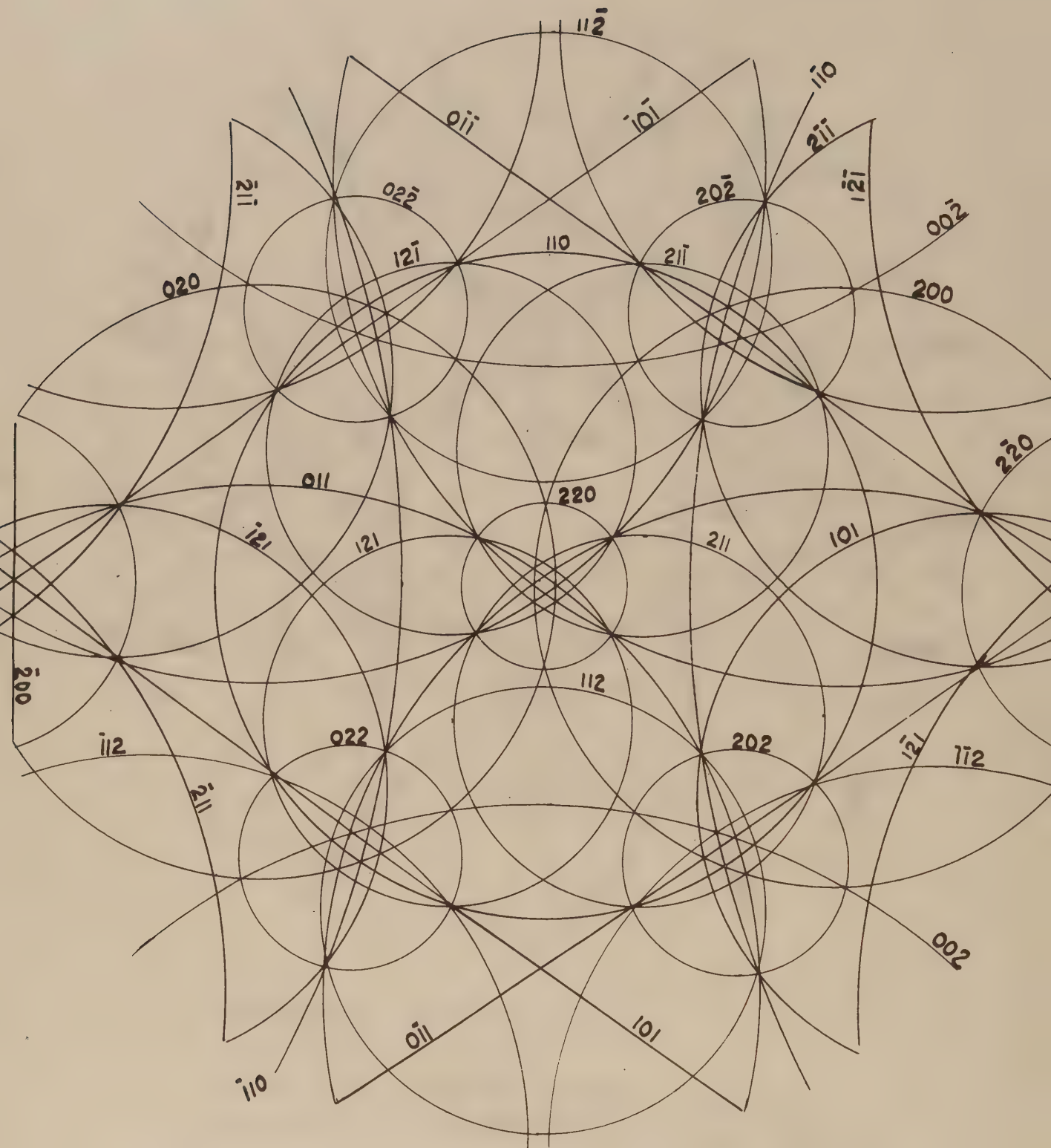


PROJECTION STEREOGRAPHIQUE.

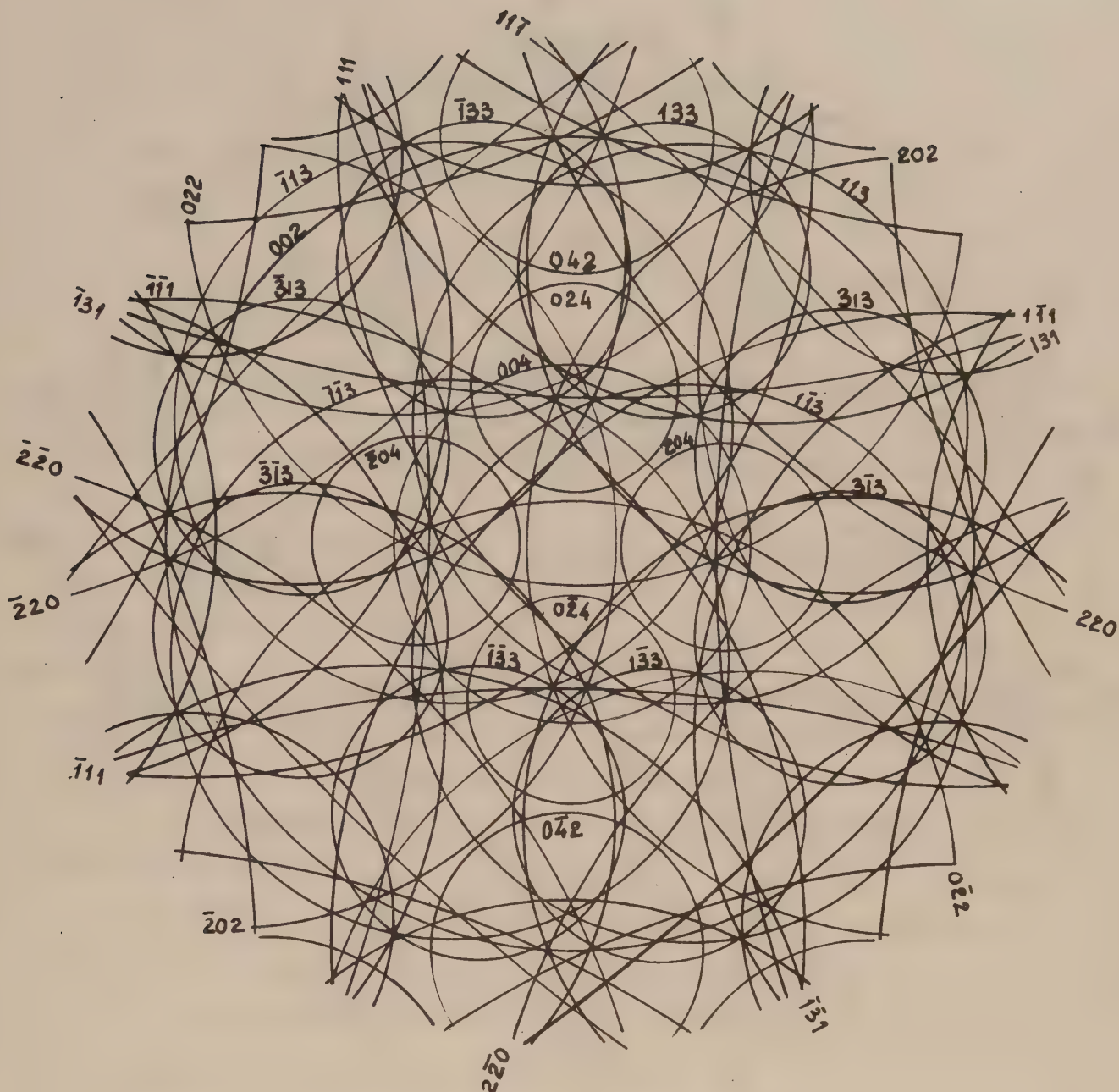
FER C.C. $a=2.8660 \text{ \AA}$.

PLAN (III).

RADIATION $\lambda 1.9373 \text{ \AA}$.



PROJECTION STEREOGRAPHIQUE.
FER C.C. $a=2,8660 \text{ \AA}$.
PLAN (HIO). RADIATION I,9373 $\text{\AA}$.



PROJECTION STEREOGRAPHIQUE.
Cu. C.F.C. $a=3,6147 \text{ \AA}$.
PLAN (001). RADIATION $I,5405 \text{ \AA}$.

CHAPITRE 2

ETUDE DES TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER

2.1 - DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Nous obtenons des diagrammes de KOSSEL par transmission en utilisant la microsonde CAMECA MS-46 du laboratoire de Physique du Métal de l'E N S M. L'avantage de cette méthode se résume en quelques points principaux suivants :

- L'obtention d'une source RX très divergents (le diamètre de la sonde est de l'ordre de micron). Cette finesse permet d'explorer des zones de faibles dimensions.

- La brillance exceptionnelle de la sonde permet de réduire la distance source RX - film en quelques millimètres et elle permet un gain de temps important par rapport aux méthodes classiques.

- La visualisation de la zone étudiée (microscope optique de grossissement de l'ordre 400).

- Possibilité de prendre des photos de répartition des éléments ainsi que l'évaluation de la composition à l'endroit analysé.

Les inconvénients de la méthode par transmission sont :

- L'étude de surface n'est pas possible.

- Les films utilisés sont de faibles dimensions, vu le dispositif existant sur la sonde.

Nous avons donc remplacé le porte-échantillon initial de CAMECA par un porte-échantillon spécialement conçu pour le travail.

Ce porte-échantillon peut porter des échantillons jusqu'à 8 mm de diamètre et un film de dimension 4 x 4 cm. La distance source RX - film est de 25 mm ou 40 mm pour les mesures précises. Les diagrammes sont pris sous un vide de 10^{-5} torr.

La figure suivante montre le schéma du dispositif utilisé.

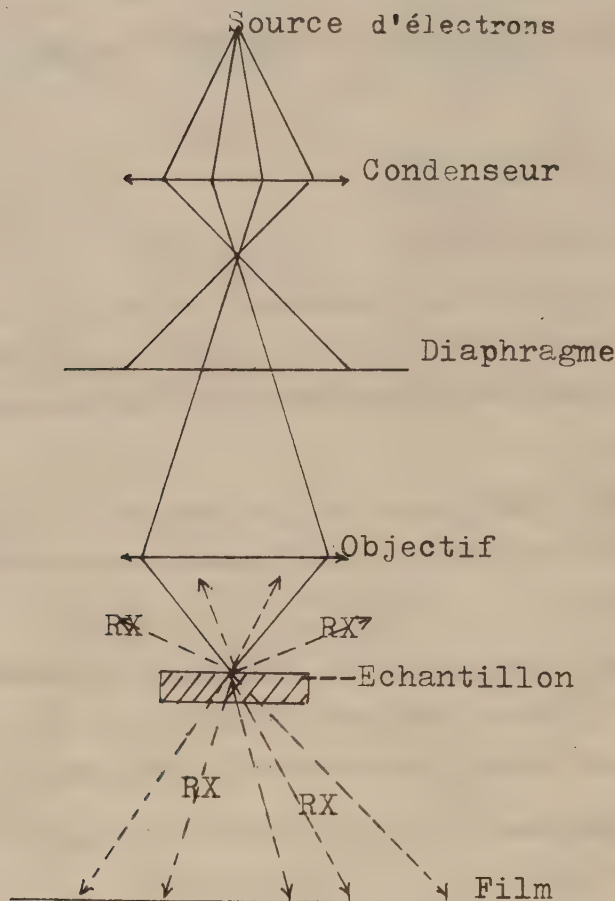


fig. 12 - Dispositif expérimental

Suivant ce schéma, la sonde électronique est focalisée sur l'échantillon qui sert d'anticathode ; les émissions caractéristiques de cette anticathode sous le bombardement électronique peuvent être comptées (utilisation normale de la microsonde) ou enregistrées par un film radio-cristallographique quand l'échantillon est monocristallin (méthode de KOSSEL).

Nous avons choisi les films KODAK type M, à émulsion à doubles faces pour enregistrer les diagrammes de KOSSEL. Ces films donnent des contrastes plus élevés que les films KODIREX, mais le temps d'exposition est relativement plus long. L'enveloppe initiale des films présente un

grand inconvénient dans son utilisation, la texture de papier est imprimée sur le film en même temps que les lignes de KOSSEL, ce qui rend des difficultés dans l'interprétation des résultats. Pour éviter cela, nous utilisons un support recouvert d'un voile en plastique, transparent aux RX mais opaque à la lumière ordinaire. Le problème de contraste des diagrammes par transmission nous conduit à considérer les facteurs suivants :

2.1.1 - Longueur d'onde utilisée

Ce facteur est important pour la mesure précise des paramètres. On peut prévoir le nombre d'intersections ou le type d'intersection (coïncidence fortuite de trois lignes de KOSSEL), le nombre des lignes de KOSSEL observables par la construction d'un graphe $\theta = f(\lambda)$ pour un réseau donné (fig. 13).

Sur ces courbes, on voit immédiatement pour une longueur d'onde donnée, les indices des lignes de KOSSEL réellement observables ainsi que le nombre des lignes de KOSSEL.

Pour le cuivre par exemple avec $\lambda_{\text{Cu K } \alpha_1} = 1,54 \text{ \AA}$. On peut observer des lignes de KOSSEL jusqu'à l'indice (420), tandis que si on utilise $\lambda_{\text{V K } \alpha_1} = 2,50 \text{ \AA}$ on n'observe que des plans (111) et (200) c'est-à-dire que sur le diagramme de KOSSEL, il existe moins de lignes que dans le cas précédent.

Dans un diagramme de KOSSEL du Fe, sous $\lambda_{\text{Fe K } \alpha_1}$ on observe moins de lignes de KOSSEL que dans le cas des diagrammes de KOSSEL du Cu.

2.1.2 - L'épaisseur de l'échantillon

Suivant la formule (1.4), on a $x = 1/\mu$, pour le cuivre sous la longueur d'onde $\text{Cu K } \alpha = 1,542 \text{ \AA}$ $\mu = 452 \text{ cm}^{-1}$, $x_{\text{opt}} \simeq \frac{1}{452} \simeq 23 \mu$

Donc la méthode donne des meilleurs diagrammes pour des trichites de Cu assez larges.

De même pour le fer sous $\text{Fe K } \alpha = 1,938 \text{ \AA}$ $\mu \simeq 562 \text{ cm}^{-1}$, $x_{\text{op}} \simeq 18 \mu$.

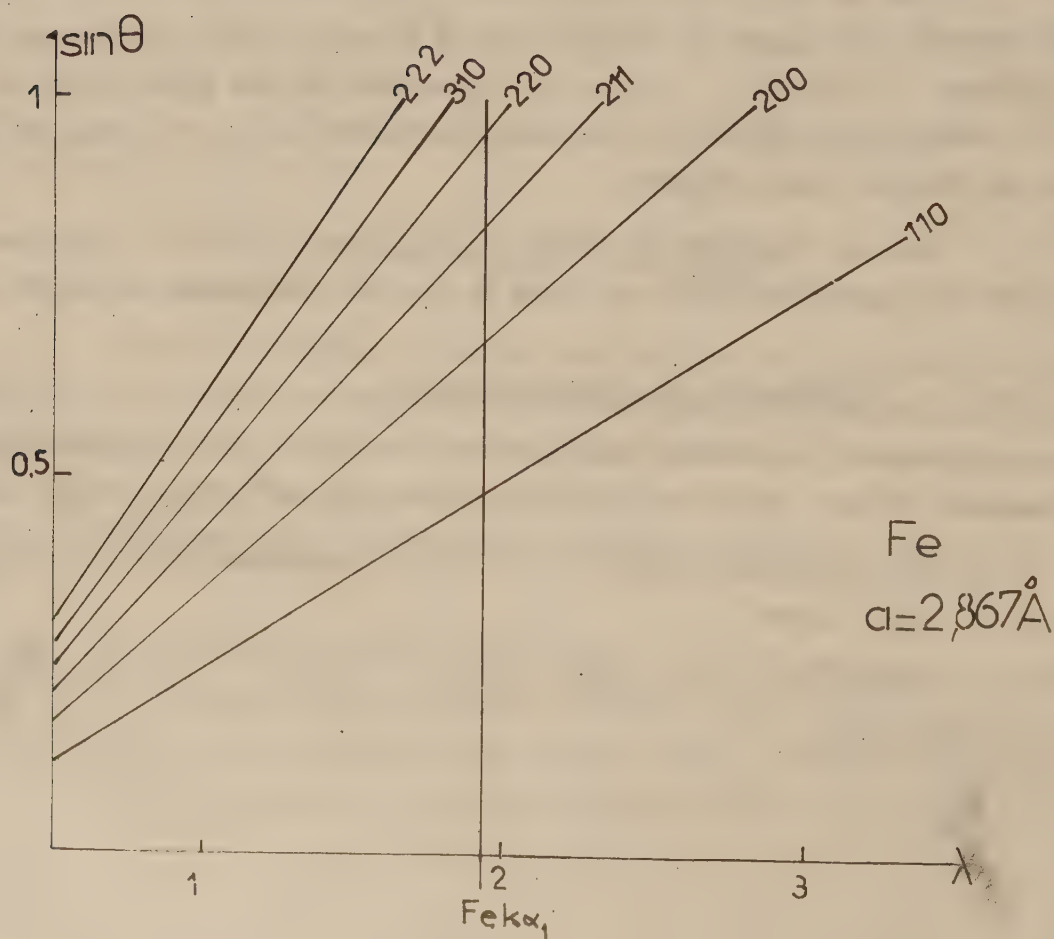
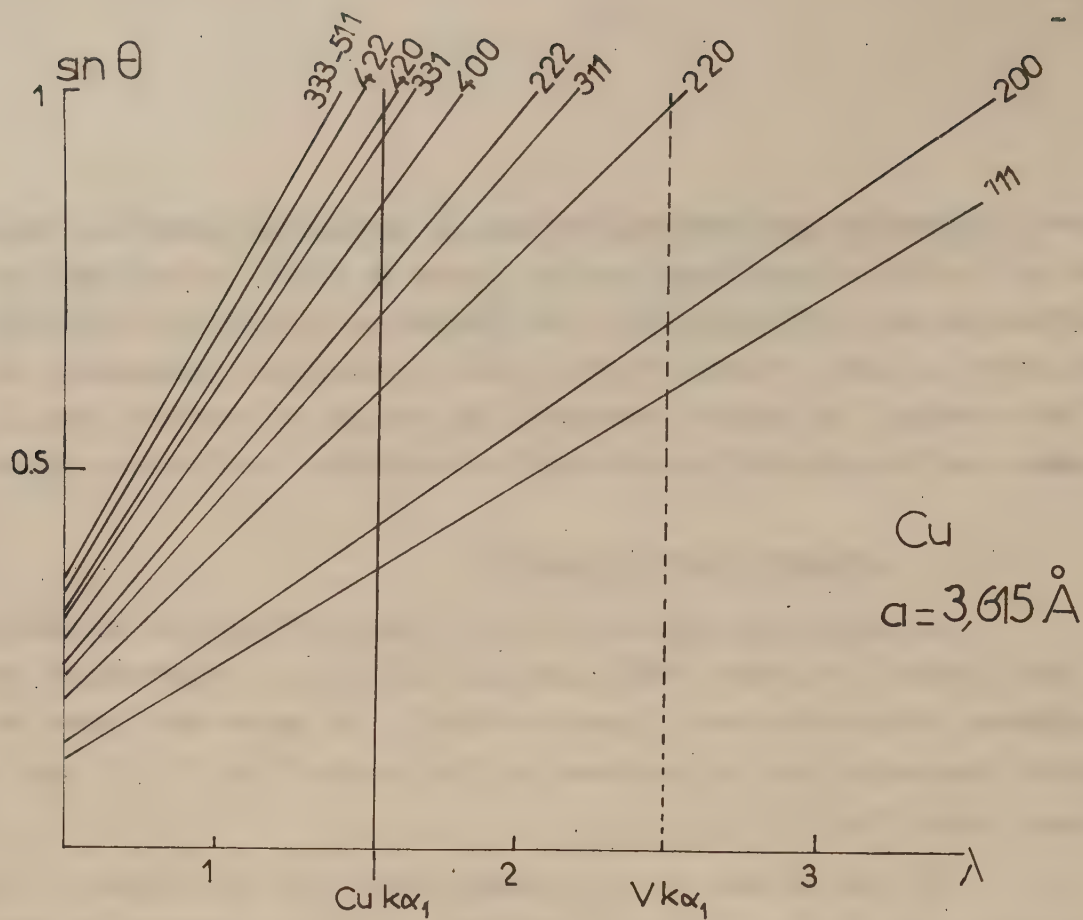


fig. 13 - Courbes $\theta = f(\lambda)$

2.1.3 - Temps d'exposition

Pour les films de type M (KODAK), Peters et Olgilvie donnent la formule suivante [14] .

$$t \# (2,5 \times 10^6 \times D^2 \times e^3) / i \quad (1.1)$$

(t est le temps d'exposition en secondes, D est la distance source RX - film en cm, e est l'épaisseur de l'échantillon en cm, i est le courant de sonde en μA).

Dans les conditions usuelles pour le Cuivre, on obtient :

$$D = 4 \text{ cm}$$

$$i = 0,1 \mu A$$

$$e \sim 0,1 \text{ mm} = 10^{-2} \text{ cm}$$

$$t \sim 10 \text{ mn.}$$

2.1.4 - Tension d'accélération

Nous référons notre choix de tension d'accélération des électrons incidents participants aux émissions X suivant un critère décrit par Guinier [15] . Selon ce critère, l'intensité des raies caractéristiques K est fonction de la tension V d'accélération des électrons d'incidences et de la tension d'ionisation V_k de la couche K suivant la relation :

$$I \propto \frac{(V - V_k)^{1.5}}{V} \quad \text{tandis que l'intensité globale du spectre continu varie comme } V.$$

Pour simplifier le problème, on considère que le contraste des lignes de KOSSEL est proportionnel au rapport :

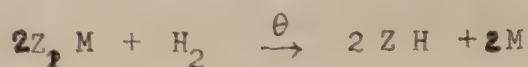
$$\left[(V - V_k)^{1/5} / V \right] / V, \text{ qui a un maximum pour une valeur de } V \# 4 V_k$$

2.2 - PREPARATION DES TRICHITES

Les trichites (Whiskers) se présentent sous forme de barbes monocristallines. Elles sont obtenues par réduction des halogénures métalliques appropriées* suivant la méthode de Brenner [16] . Ainsi les tri-

* par R.COZIC

chites de cuivre sont obtenues par réduction de l'iodure cuivreux et la réduction de chlorure ferreux donne les trichites de fer. Ces produits sont fournis par PROLABO. La réaction générale peut s'exprimer par :



M est le métal de base des trichites

Z est l'halogénure choisie.

La température où se déroulent des réactions est de l'ordre 650°C pour le cuivre et 700 - 800°C pour le fer.

Après quelques expériences, nous constatons que les creusets en silice ne donnent pas de bonnes trichites, en plus l'extraction des trichites est difficile. C'est pourquoi nous avons utilisé un creuset en cuivre pour obtenir des trichites de cuivre et le creuset sera en fer pour les trichites de fer. Les creusets sont polis au papier émerie et nettoyés ensuite à l'acétone puis séchés dans un courant d'air chaud avant d'y mettre les produits.

Les trichites obtenues sont mises immédiatement sous un atmosphère d'argon ou sous vide pour éviter l'oxydation. La figure 14 montre l'aspect des trichites de fer après leur obtention ; suivant les conditions expérimentales, les trichites peuvent avoir une longueur qui varie de quelques millimètres à quelques centimètres, leur diamètre (rayon moyen) peut varier entre quelques microns et plusieurs dizaines de microns.

D'une manière générale, les trichites larges sont courtes, moins résistantes ; les trichites fines sont longues et très résistantes à l'essai de flexion. Les trichites de cuivre sont en général plus longues que les trichites de fer, ce phénomène peut s'expliquer par la présence d'un champ magnétique à l'intérieur des éléments de chauffage du four (type ADAMEL) ; ce champ ramène le chlorure ferreux à une extrémité du creuset au début du chauffage, les trichites de fer obtenues se trouvent donc dans un coin du creuset et sont larges. Elles sont probablement aimantées, ce

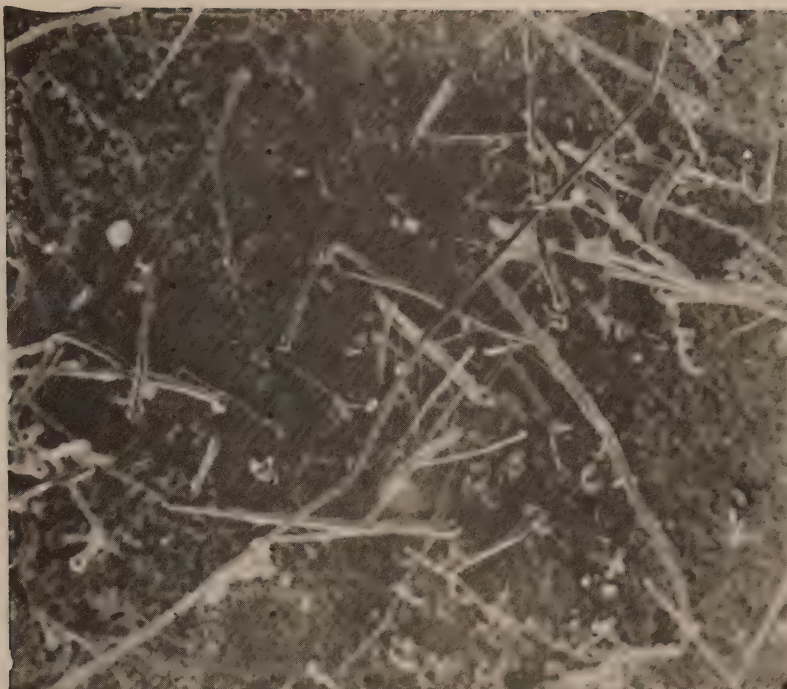


fig. 14 - Trichites de fer dans leur creuset

qui rend beaucoup de difficultés dans l'extraction et dans la mise en place pour les observations.

Les trichites se présentent sous deux formes principales : des trichites droites et hélicoïdales. Ces dernières se présentent notamment dans le cas du cuivre et plus rarement dans le cas du fer. L'observation au microscope à balayage et par les diagrammes de KOSSEL laisse penser que la croissance des trichites hélicoïdales s'effectue suivant un procédé de dislocation vis suivant un axe $\langle 111 \rangle$ et que la croissance n'est pas achevée.

Nous avons pu observer également des trichites coudées, des trichites secondaires dont la croissance a probablement l'origine sur une trichite droite. Dans la suite, nous nous intéressons uniquement aux trichites droites ; par la raison de contraste, les trichites observées par la méthode de KOSSEL ont un diamètre de l'ordre de 20 microns ou plus et une longueur de l'ordre du centimètre.

Les trichites plus fines ne donnent pas un contraste convenable pour que leur diagramme puisse être dépouillé.

Les trichites sont fixées par peinture d'argent (Degussa) au support. Il faut assurer le contact pour dégager la chaleur induite sous le bombardement électronique. La puissance utilisée étant faible (aux environs de 3 milliwatts). En général, dans ce mode de fixation, il faut s'assurer que l'on n'introduit pas de déformations à la trichite.

2.3 - PERFECTION DES TRICHITES

Les trichites sont examinées à la suite de leur sortie du vide ; elles ne subissent aucun traitement thermique. Seules les trichites droites et exemptes de défauts apparents de surfaces sont prises. Cette observation est faite grâce au microscope optique de la microsonde ; de même, il faut s'assurer que la trichite ne revêt aucune trace d'oxyde.

Les diagrammes de KOSSEL ont été pris sous une tension d'accélération de 29 keV, le courant de sonde est voisin de 80 nA et le temps d'exposition est de 20 minutes.

La finesse et la continuité des lignes de KOSSEL ainsi que la séparation des doublets $K\alpha_1$, $K\alpha_2$ permettent l'évaluation de la perfection du réseau cristallin considéré. Si les défauts tels que les dislocations ne sont pas visualisés directement par les diagrammes de KOSSEL car la longueur d'onde utilisée est trop grande (ordre Å, en microscopie électronique λ est de l'ordre 0,05 Å), les lignes de KOSSEL portent des renseignements sur la distorsion du réseau, les fragmentations cristallines, les désorientations des sous blocs par l'aspect général de diagramme ; les dislocations peuvent être évaluées en considérant la largeur des lignes ; et la présence d'impuretés par une variation de paramètre etc...

En général, les trichites possèdent un degré de perfection élevé ; la figure 15 présente une face latérale de type (110) d'une trichite d'axe [111] de diamètre 23 microns, on remarque sur ce diagramme la finesse de la ligne $K\alpha_2$ des plans (240), les lignes sombres des plans

de faibles indices tels que (111) , (020) ont un faible contraste. Nous verrons plus loin que dans le cas des réseaux cristallins déformés, la variation de ce contraste, la régularité des lignes de KOSSEL indiquent également l'homogénéité du réseau cristallin ; aucun sous bloc n'a été observé.

2.4 - INDICES DES FACES, FREQUENCE DE L'ORIENTATION

La méthode du cristal tournant ou la méthode de Laue sont des méthodes habituelles utilisées dans la détermination de l'orientation du cristal. Ces méthodes ne permettent pas de déterminer clairement les indices des faces de la trichite. L'étude théorique du problème a été développée par HERRING[17] et n'appartient pas à notre cadre d'étude.

Les diagrammes de KOSSEL nous ont permis de déterminer sans ambiguïté les indices (hkl) des différentes faces de la trichite, suivant la direction cristallographique de la trichite. Ces faces peuvent être des faces (100) ou (110) comme le montre le tableau suivant :

Trichites de Cuivre

:	:	:	:	:
: Orientation de l'axe	: [100]	: [110]	: [111]	:
-----	-----	-----	-----	-----
:	:	:	:	:
: Forme de section	: carrée	: rectangulaire	: hexagonale	:
: droite observée	:	:	:	:
-----	-----	-----	-----	-----
:	:	:	:	:
: Indices des faces	: (011)	: large (110)	: (110)	:
:	:	: petite (001)	:	:
:	:	:	:	:
:	:	:	:	:

Les sections droites des trichites de fer se présentent sous formes des figures tronquées et sont difficiles à observer. Cependant, suivant les diagrammes de KOSSEL observés, les faces principales des tri-



fig. I6- Plan $(II\bar{0})$.

Trichite de cuivre d'axe $[II0]$.

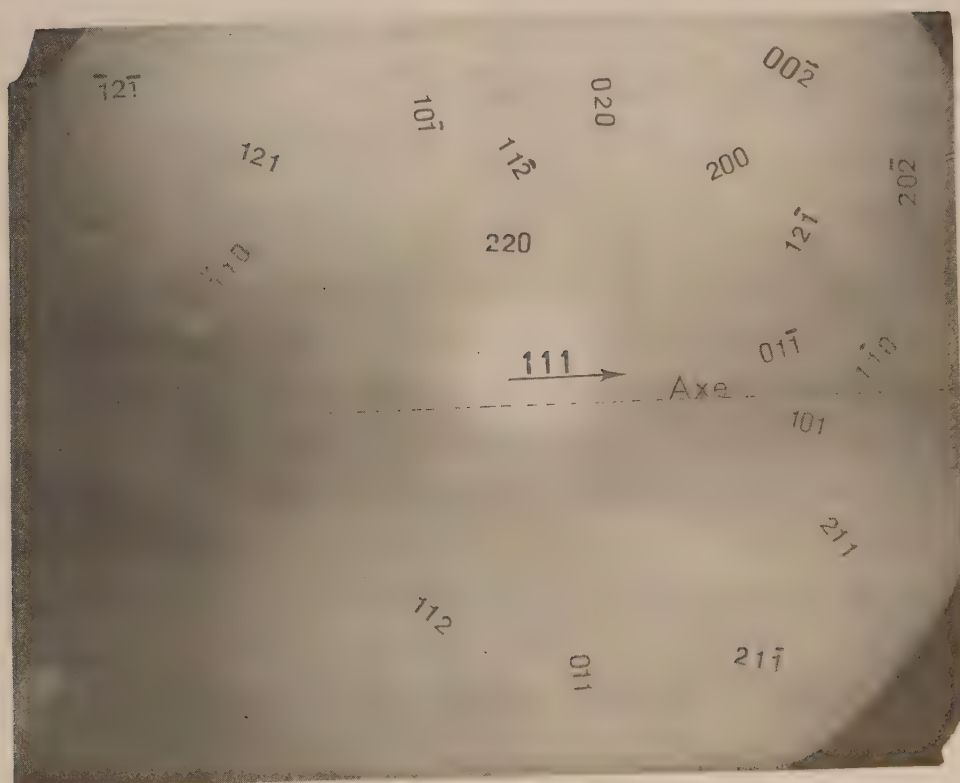


fig. I7- Plan $(II\bar{0})$.

Trichite de fer d'axe $[III]$.

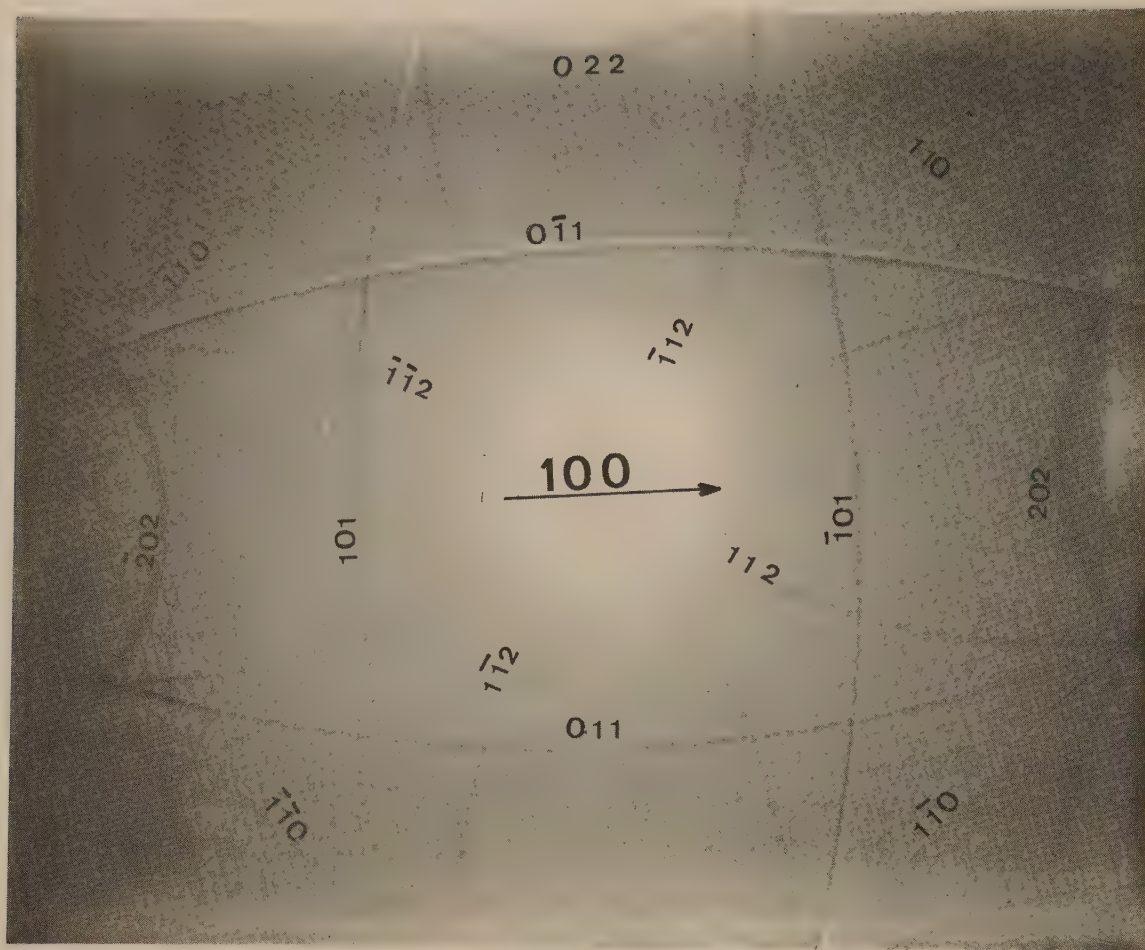


fig. 18- Plan (100).

Trichite de fer d'axe $[001]$.

chites orientées suivant $[100]$ sont des plans de type (001) , et pour les trichites $[111]$, nous avons pu observer des plans $(1\bar{1}0)$ et (112) . Les figures 16, 17, 18 correspondent successivement aux faces $(1\bar{1}0)$ du cuivre d'axe $[110]$, face $(1\bar{1}0)$ du Fe $[111]$ et face (100) du fer $[001]$.

En général, la croissance des trichites se fait suivant une direction cristallographique simple telle que $[100]$, $[110]$ et $[111]$; Les fréquences des directions de croissance observées sur 20 trichites de cuivre et sur 20 trichites de fer sont :

Direction	$[100]$	$[110]$	$[111]$
Cuivre %	15 (10)	20 (40)	65 (50)
Fer	60	non observé	40

Les valeurs entre parenthèses sont données par BRENNER [16].

Les trichites de cuivre possèdent une forte fréquence de croissance dans la direction $[111]$, tandis que pour les trichites de fer, la direction de croissance privilégiée est celle de $[100]$; cette différence peut être expliquée par la différence des systèmes cristallins et par le mécanisme de croissance.

Changement de direction de croissance :

Autre que les trichites droites observées, il existe des trichites qui ne possèdent pas un axe unique de croissance. Nous montrons quelques cas habituels observés sur les trichites de cuivre, les diagrammes de KOSSEL permettent d'étudier la microstructure des différentes parties de la trichite choisie.

La figure 19 montre une jonction par un "microcristal" de deux parties de la trichite orientées suivantes $[110]$ et $[111]$. Les diagrammes de KOSSEL pris au point A (fig. 20) révèlent que la jonction n'a

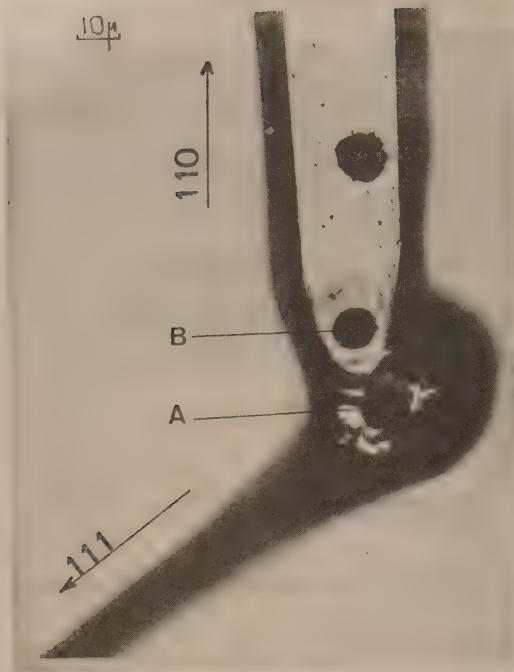


fig.I9 -Jonction par "microcristal".



fig.20 -Microstructure
de A.

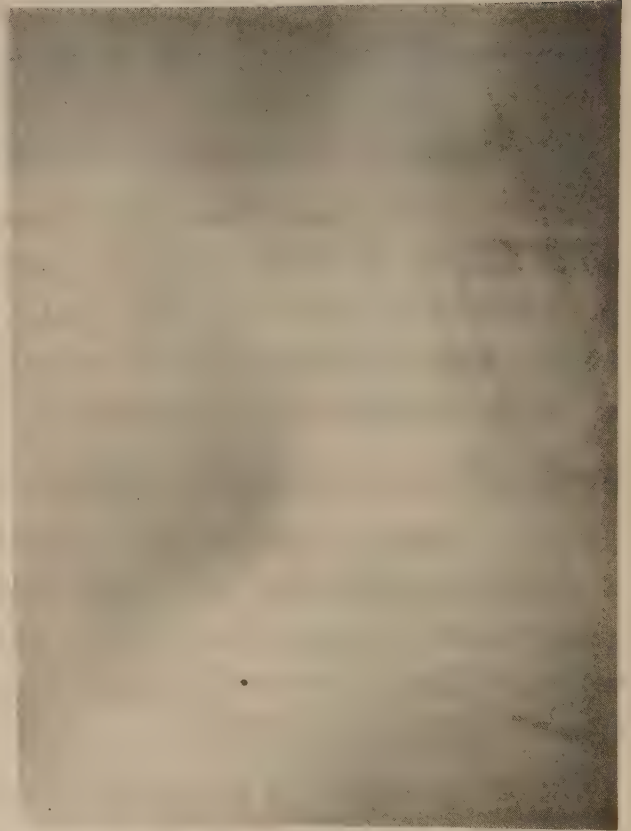


fig.2I-Microstructure
de B.

pas une structure monocristalline, elle possède probablement des micro-cristaux dont l'un est orienté suivant $[110]$; par contre le diagramme de KOSSEL pris au point B (fig. 21) de la partie de la trichite d'orientation $[110]$ montre qu'il existe dans cette région de nombreux joints de grain et de déformations importantes du réseau cristallin auprès de la jonction.

Les deux parties de la trichite se trouvent dans deux plans différents. Ce type de changement de directions de croissance est fréquemment observé dans le cas du cuivre.

Le changement de direction peut s'effectuer dans un même plan dans le cas suivant. Ce cas est observé sur les trichites de cuivre larges et en général très courtes (fig. 22). Les deux parties de la trichite orientées suivantes $[100]$ et $[111]$ forment un coude dont un angle est vif et l'autre est arrondi. Le diagramme de KOSSEL pris aux jonctions montre un mûclage dû aux deux parties de la trichite ; les flèches montrent les lignes du mûclage.

La photo suivante montre un autre type de changement de direction de croissance observé sur les trichites de cuivre. Les deux parties de la trichite restent dans un même plan et forment un mûcle de type $[100]$ - $[111]$. Ce type est différent du type précédent par le fait que les deux parties de la trichite restent alignées, ce type de changement est également observé dans les trichites de fer.

Les différents types de changement de direction de croissance dépendent de nombreux facteurs agissant sur le mécanisme de la croissance des trichites : vitesse de croissance, énergie, atmosphère ... qui n'entrent pas dans le cadre de notre étude. Signalons que, cependant, les diagrammes de KOSSEL permettent d'examiner les microstructures, le mûclage, la perfection du réseau ainsi que les déformations induites. Ces phénomènes ne sont pas faciles à étudier par les méthodes RX classiques.

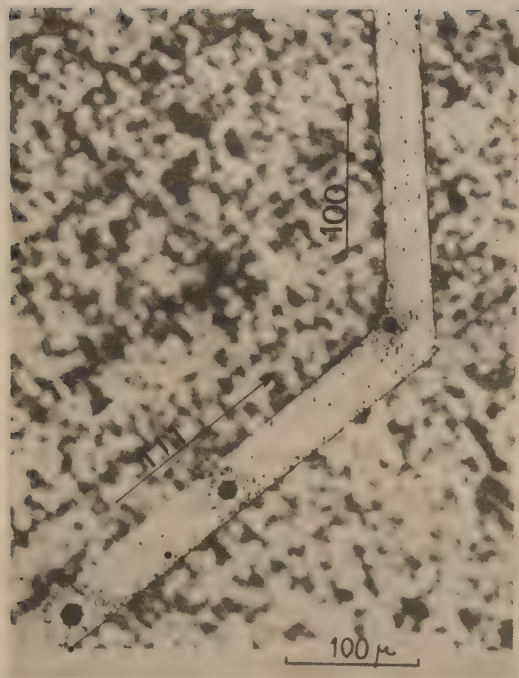


fig.22-Changement d'axes

$[III] - [I00]$ dans un
plan $(I\bar{1}0)$



fig.23-Mâclage.

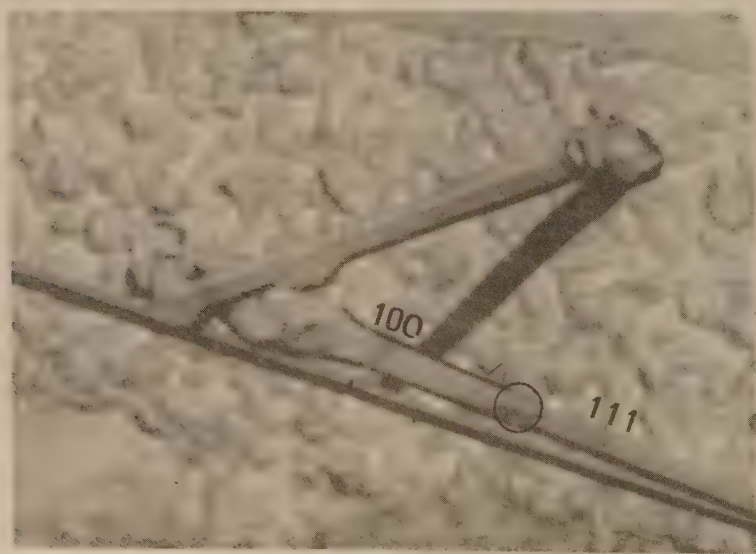


fig.24-Changement d'axes $[100] - [111]$ par
une rotation.

CHAPITRE 3

DETERMINATION DES PARAMETRES CRISTALLINS

3.1 - LES METHODES DE MESURE

Une des caractéristiques remarquables des diagrammes de KOSSEL est la mesure des paramètres cristallins avec une grande précision (l'ordre 10^{-4} à 10^{-5} Å) sans exigence des instruments expérimentaux de grande performance, comme dans les méthodes des poudres ou du cristal tournant.

La dimension de la source quasi ponctuelle des rayons X permet l'exploitation des zones inaccessibles pour les autres méthodes RX classiques. L'utilisation habituelle de la sonde permet de déterminer en même temps les compositions précises de l'échantillon à l'endroit où le diagramme de KOSSEL est pris.

La base des techniques de mesure des paramètres cristallins repose sur les propriétés physiques des lignes de KOSSEL. Nous examinons par la suite quelques techniques courantes :

3.1.1. - Méthode de Lonsdale [11]

Dans cette méthode, les paramètres sont déterminés à l'aide d'une coïncidence fortuite de trois lignes de KOSSEL en un point. Les lignes de KOSSEL entrant en intersection, n'appartiennent pas à la même zone. Ce dernier donne également une intersection de trois lignes de KOSSEL quelle que soit la longueur d'onde utilisée.

Dans le cas de Lonsdale, l'intersection des trois lignes de KOSSEL se produit que pour une longueur d'onde bien déterminée, c'est-à-dire que les trois plans de KOSSEL possèdent un point commun sur la sphère de réflexion, les cônes de KOSSEL ont une génératrice commune.

Les équations des plans de KOSSEL s'écrivent alors dans un repère orthonormé :

$$h_i \frac{d}{a} x + k_i \frac{d}{b} y + l_i \frac{d}{c} z = \frac{1}{d} \quad (3.1)$$

$$(i = 1, 2, 3)$$

avec $\frac{1}{d} = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$

Ce système peut être résolu car le déterminant $|h_i \ k_i \ l_i|$ n'est pas nul. On obtient donc une relation de la longueur d'onde λ et du paramètre cristallin. Une seule intersection permet de déterminer les paramètres.

Lonsdale a mesuré les paramètres du diamant sous la radiation du cuivre $K \alpha_1$. L'intersection correspond aux lignes (220), (313) et (133), on a :

$$a = \lambda \frac{\sqrt{193}}{6}$$

La précision de la mesure dépend donc de la précision obtenue sur la mesure de λ qui est théoriquement très élevée. En réalité, cette précision est très limitée par les difficultés de mesure dues à la largeur des lignes de KOSSEL. Lonsdale prétend qu'une précision de $\pm 5 \cdot 10^{-5} \text{ \AA}$, dans le cas du diamant.

3.1.2 - Méthode de Heise [18]

Les paramètres sont déterminés par interpolation sur un graphe prédéterminé, mesurant la variation de la distance entre deux points intersections de deux lignes de KOSSEL (HKL) et (hkl) en fonction de la longueur d'onde donnée.

Considérons une telle intersection dont le doublet $K \alpha_1$ et $K \alpha_2$ est résolu (fig. 25).

Si le centre O du film se trouve au milieu de L_1 et L_2 , on obtient :

$$L_1 = 2 \times \operatorname{tg} \frac{\varepsilon_1}{2} \quad (3.2)$$

(x étant la distance source RX - film).

$$L_2 = 2 \times \operatorname{tg} \frac{\varepsilon_2}{2} \quad (3.3)$$

d'où

$$\frac{L_1}{L_2} = \frac{\operatorname{tg} (\varepsilon_1/2)}{\operatorname{tg} (\varepsilon_2/2)} \quad (3.4)$$

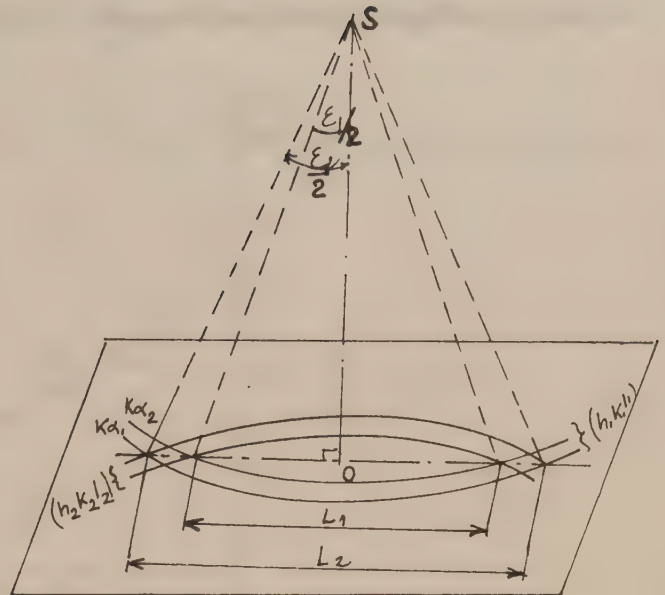


fig. 25 - Méthode de Heise

Heise a calculé ce rapport dans le cas des lignes (004) et (222) du Nickel :

$$\left(\frac{L_1}{L_2}\right)^2 = \frac{\lambda_2^2 (2a^2 - 9\lambda_1^2)}{\lambda_1^2 (2a^2 - 9\lambda_2^2)} \quad (3.5)$$

La variation de $(L_1 / L_2)^2$ en fonction du paramètre a est représentée par la figure 26 et le paramètre est obtenu par une interpolation de la valeur mesurée expérimentalement. Heise préconise une précision de $\pm 10^{-4}$ Å obtenue sur le nickel.

L'utilisation pratique de cette méthode est très limitée car le centre O' de L_1 et L_2 doit être très rapproché du point O. Dans le cas contraire, il faut envisager une correction tenant de la position de O', dans la pratique on n'a pas toujours la configuration de la figure 25 pour les mesures.

Dans l'extension de la méthode, on peut utiliser des raies K_β

ou deux configurations quelconques [19] .

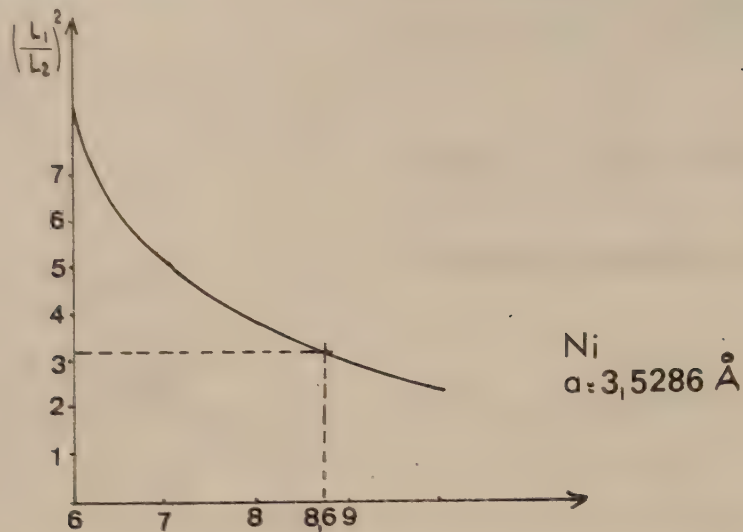


fig. 26 - Variation de $\left(\frac{L_1}{L_2}\right)^2$ en fonction du paramètre a .

3.1.3 - Méthode analytique [20]

Les lignes de KOSSEL sont des sections coniques dont les cônes ont un sommet commun (sources), les équations de ces coniques peuvent être déterminées analytiquement dans un repère orthonormé suivant la géométrie analytique (fig. 27).

On considère un cône de KOSSEL défini par un demi angle au sommet $\left(\frac{\pi}{2} - \theta\right)$, l'axe z est dirigé suivant le sens des RX incidents, un point M quelconque de la ligne de KOSSEL ainsi définie est repéré par ses coordonnées (X, Y, Z) ; soit $\vec{N}$ la normale de cosinus de directeurs (l, m, n) , formons le produit scalaire $\vec{SM} \cdot \vec{SN}$ on obtient :

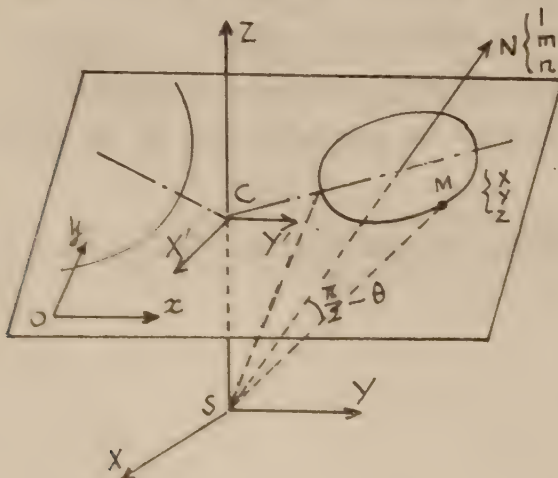


fig. 27 - Méthode analytique

$$\vec{SN} \cdot \vec{SM} = Xl + Ym + Zn = \frac{\lambda}{2d} (X^2 + Y^2 + Z^2)^{1/2} \quad (3.6)$$

Soit t la distance source RX - film, l'équation ci-dessus devient :

$$Xl + Ym + tn = \frac{\lambda}{2d} (X^2 + Y^2 + t^2)^{1/2} \quad (3.7)$$

d'où

$$X^2 + Y^2 \frac{(m^2 - p^2)}{(l^2 - p^2)} + t^2 \frac{(n^2 - p^2)}{(l^2 - p^2)} + 2XY \frac{lm}{(l^2 - p^2)} + 2X \frac{tnl}{(l^2 - p^2)} + 2Y \frac{tnm}{(l^2 - p^2)} = 0 \quad (3.8)$$

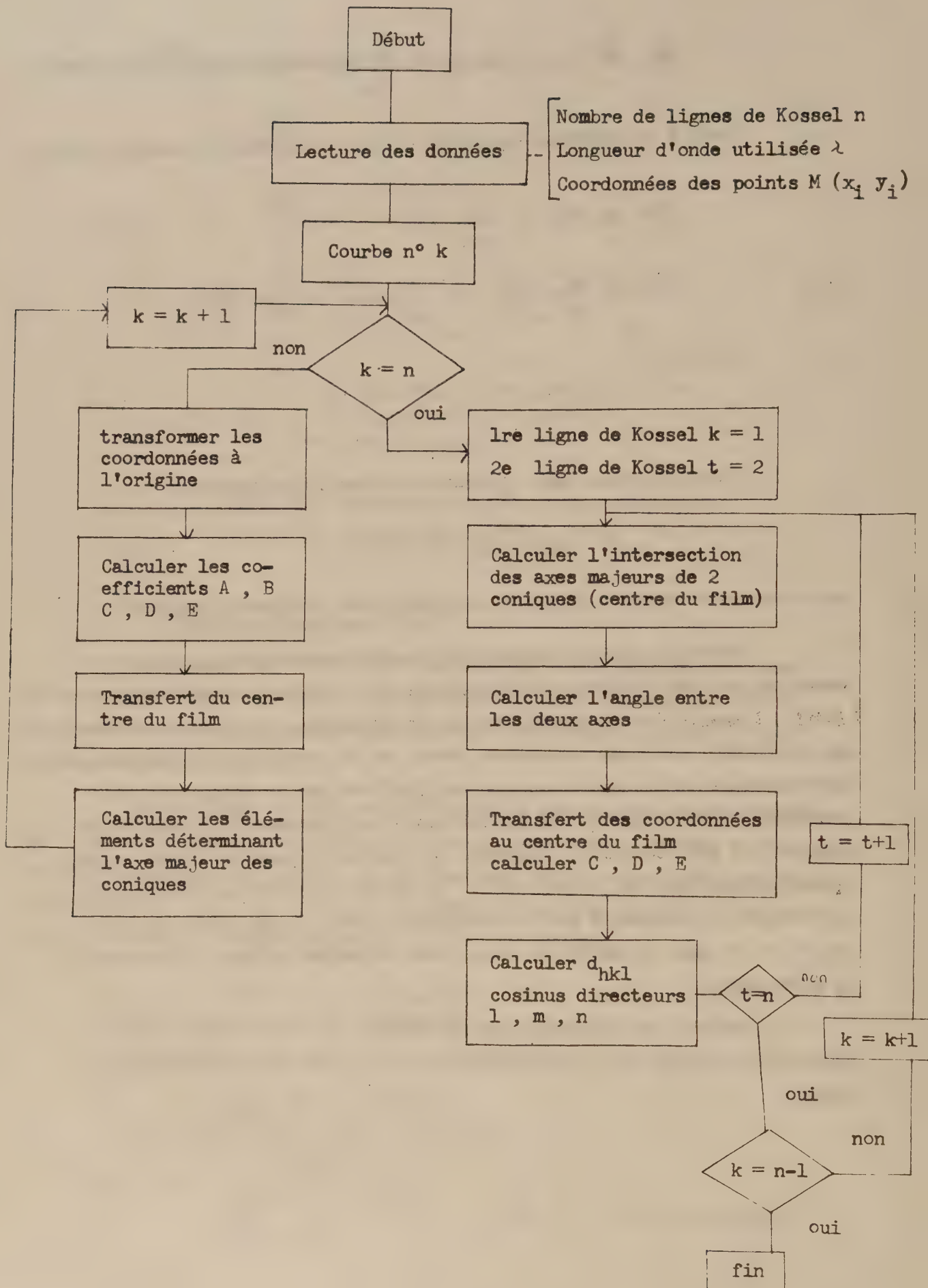
Cette équation peut s'écrire sous une forme générale :

$$X^2 + AY^2 + BXY + CX + DY + E = 0 \quad (3.9)$$

qui n'est autre que les équations générales des coniques classiques.

Pour que chaque conique soit parfaitement définie, il faut résoudre un système d'équations déterminant les différents coefficients de (3.9) ; à partir de là, les distances réticulaires d_{hkl} de chaque ligne de KOSSEL (hkl) est déterminée ainsi que la normale de l'échantillon. Cette méthode mérite une attention particulière par sa simplicité et sa capacité de détermination des paramètres d'un diagramme de KOSSEL quelconques, il faut connaître seulement la longueur d'onde utilisée. La précision obtenue est de l'ordre de 10^{-4} Å. Nous avons établi un programme en FORTRAN IV utilisable sur un calculateur IBM 1130 du centre de calcul de l'E N S M dont la marche de calcul est effectuée suivant l'organigramme ci-dessous.

Suivant cet ordinogramme, on choisit un repère orthonormé d'origine O quelconque sur le même diagramme de KOSSEL obtenu expérimentalement.



Ensuite, par rapport à ce repère, on détermine pour une ligne de KOSSEL donnée, les coordonnées (X_i, Y_i) de cinq points au minimum. On utilise ensuite la méthode de moindres carrés pour déterminer les coefficients A, B, C, D, E de l'équation (1.9); on peut ainsi déterminer les axes majeurs des coniques suivant les formules données par la géométrie analytique. Avec deux lignes de KOSSEL (h_i, k_i, l_i) ($i = 1, 2$) on peut déterminer donc deux axes majeurs, leur intersection doit être nécessairement le centre du film C (projection orthogonale de la source S sur le film). Le transfert de l'origine O en C permet de calculer les nouvelles équations des coniques par rapport à C . On en déduit les distances réticulaires d_{hkl} de la ligne considérée ainsi que la normale (l, m, n) .

En pratique pour atteindre une précision de $10^{-4} \text{ \AA}$, il faut une vingtaine de points (X_i, Y_i) sur chaque ligne de KOSSEL; il se présente parfois des résultats aberrants comme ceux signalés dans [20]. De plus, les meilleurs résultats sont obtenus avec des coniques de forte courbure; il est nécessaire d'avoir une distance source X - film relativement faible; on risque de perdre de la précision sur les résultats.

Nous avons mesuré [21] les paramètres des trichites de fer par cette méthode; la distance réticulaire déterminée sur les lignes (220) est :

$$d_{220} = 1,0143 \text{ \AA}$$

avec une précision de l'ordre de 0,1 %.

3.1.4 - Méthode générale [24]

Les paramètres sont calculés suivant une itération et par comparaison. Les calculs se font comme ci-dessous :

1. En calculant les cosinus directeurs des directions des génératrices communes aux cônes de KOSSEL, on détermine d'abord les directions qui se déplacent rapidement pour une faible variation du paramètre (0,1 % environ) et les directions qui sont peu sensibles.

2. L'orientation du cristal est déterminée par la méthode de Ryder et Coll [25] en choisissant sur le diagramme les quatre intersections

P_1, P_2, P_3 ; P_4 peu sensibles aux variations de paramètre. On mesure la distance x_m de deux autres intersections P_5, P_6 , choisies sensibles.

3. La connaissance de l'orientation du cristal conduit à la détermination de la valeur théorique x_5 de $P_5 P_6$ suivant une valeur du paramètre a_0 prédéterminée.

4. La différence $x_5 - x_m$ conduit à un nouveau choix x_1 du paramètre, avec lequel on détermine à nouveau l'orientation, l'itération est faite jusqu'à ce que cette différence soit inférieure à l'erreur expérimentale sur la mesure de x_m .

Les figures (28, 29) illustrent le procédé de calcul. La précision du calcul de paramètre est fonction de la précision de la mesure des x_m . Cette méthode n'exige pas la connaissance de la distance source RX - film, elle est très simple au point de vue expérimental. La précision relative obtenue est de l'ordre de 10^{-4} . Les inconvénients résident dans le temps de calcul et la structure du corps étudié doit être connue. Nous disposons un programme de calcul sur IBM 360 suivant un programme élaboré par Tixier et Coll.

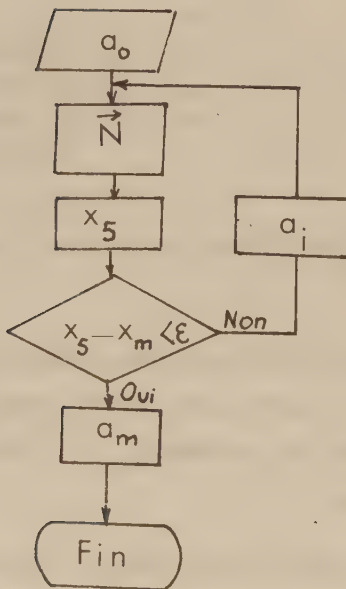


fig. 28 - Processus d'itération

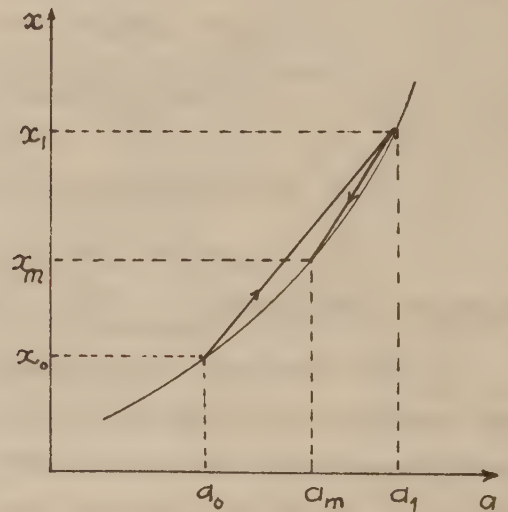


fig. 29 - Variation de x en fonction du paramètre a

3.2 - MESURE DES PARAMETRES DES TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER PAR LA METHODE GENERALE

Nous avons appliqué cette méthode dans la mesure des paramètres des trichites de cuivre et de fer.

Les déplacements angulaires des intersections des lignes de KOSSEL (hkl) et (HKL) dans le cas du cuivre et du fer sont données par les tableaux suivants.

$$\text{Cu.} \quad a_0 = 3,615 \text{ \AA}$$

$$a_1 = 3,651 \text{ \AA}$$

$$\lambda = \text{Cu K } \alpha_1 = 1,54 \text{ \AA}$$

DEPLACEMENT ANGULAIRE DES INTERSECTIONS

Point n°	(HKL)	(hkl)	D (°)	Point n°	(HKL)	(hkl)	D (°)
1	222	-I-II	2.843	34	-202	131	1.377
2	313	I-II	2.842	35	004	-222	1.174
3	-222	-133	2.842	36	-222	222	1.170
4	133	313	2.630	37	020	I-II	0.963
5	202	-133	2.629	38	I-II	I-13	0.963
6	133	313	2.624	39	202	-202	0.910
7	-202	133	2.624	40	311	I-13	0.832
8	133	131	2.253	41	-222	131	0.828
9	020	I-13	2.252	42	-I-13	-222	0.826
10	200	-113	2.252	43	I-13	-202	0.708
11	-133	-131	2.251	44	I-13	-113	0.705
12	020	133	2.246	45	-113	-131	0.704
13	I-II	024	1.875	46	-202	-131	0.704
14	-I-II	024	1.875	47	-131	220	0.702
15	024	133	1.874	48	131	311	0.702
16	024	-133	1.873	49	222	I-II	0.638
17	133	I-II	1.872	50	I-II	-113	0.637
18	313	-III	1.870	51	-222	-131	0.633
19	I-13	024	1.777	52	I-13	-I-13	0.628
20	024	-131	1.777	53	020	311	0.625
21	024	+131	1.776	54	-131	151	0.623
22	-I-13	024	1.776	55	200	I-13	0.621
23	131	I-13	1.775	56	-202	020	0.615
24	311	-113	1.775	57	I-II	-202	0.562
25	-133	133	1.726	58	220	I-II	0.562
26	020	313	1.724	59	0-22	-202	0.544
27	004	020	1.702	60	220	202	0.544
28	202	-222	1.701	61	I-II	-III	0.437
29	-202	222	1.700	62	-I-II	-202	0.469
30	-222	133	1.553	63	020	200	0.423
31	I-13	-222	1.550	64	I-II	-I-II	0.289
32	133	311	1.549	65	200	I-II	0.285
33	220	I-13	1.380				



fig. 30-Enumération des intersections dans le
triangle $(100)-(110)-(111)$.
Monocristal de cuivre.
Radiation $\text{Cu. K}\alpha_1$.

Fe. $a_0 = 2,866 \text{ \AA}$ $a_1 = 2,895 \text{ \AA}$ $\lambda = \text{Fe K } \alpha_1 = 1,937 \text{ \AA}$

Déplacement angulaire des intersections

Point n°	(HKL)	hkl	D (°)
1	002	020	1,759
2	-101	110	1,759
3	-112	112	1,198
4	211	002	1,198
5	-121	121	1,196
6	-112	020	1,194
7	0-11	-112	0,967
8	121	211	0,966
9	-121	110	0,963
10	-112	-121	0,962
11	-101	020	0,828
12	-110	110	0,519
13	0-11	-101	0,372
14	-101	-110	0,372

Les diagrammes suivants illustrent ces intersections respectivement sur un diagramme de KOSSEL du cuivre sous la radiation $\text{Cu K } \alpha_1$ et un diagramme du fer sous la radiation $\text{Fe K } \alpha_1$.

3.2.1 - Mesures du paramètre d'un monocristal de cuivre

Nous avons effectué des mesures préliminaires sur un monocristal de cuivre obtenu par la méthode de Bridgman (pureté 99,96). L'échantillon a été coupé dans les barreaux de diamètre 20 mm par électro-érosion et a

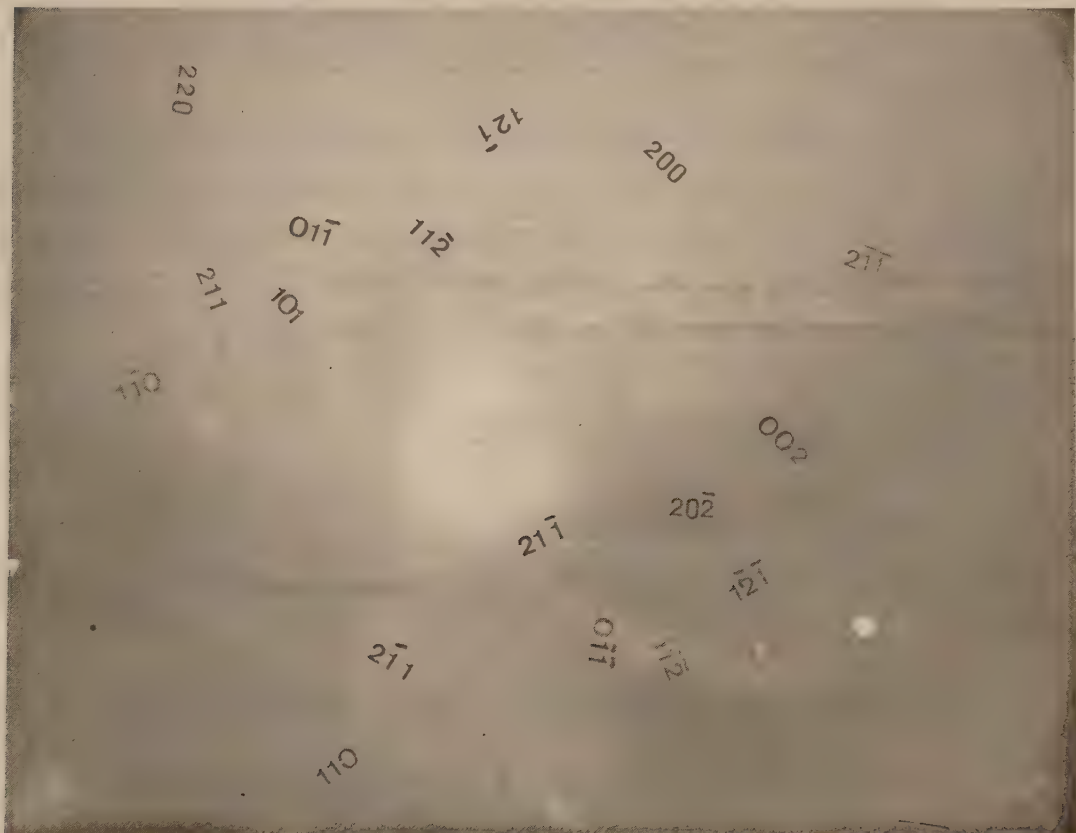
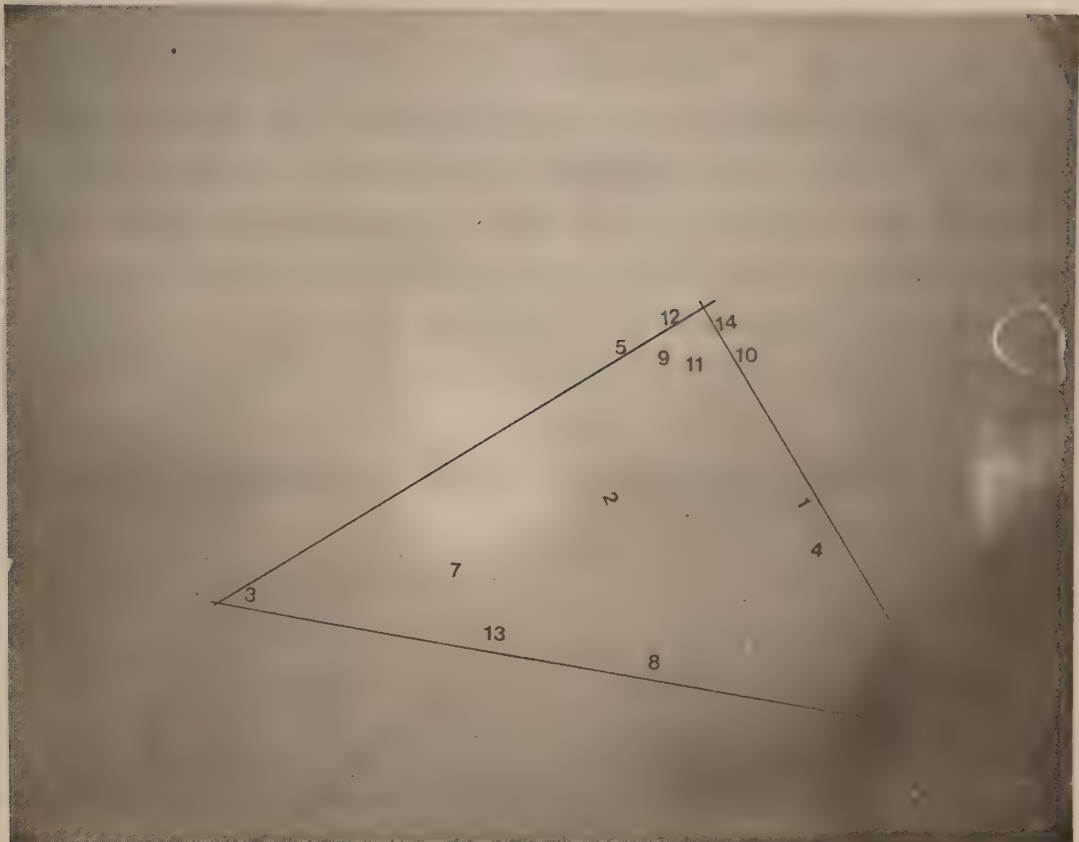


fig. 3I- Indexation et énumération des intersections
dans le triangle $(100)-(110)-(111)$.
Fer. Radiation $\text{Fe-K}\alpha_1$.

subi un recuit de 800°C pendant quatre heures, son épaisseur est de 1 mm environ ; ensuite cette épaisseur est ramenée à 0,1 mm à l'aide d'un dressage par électro-érosion. Avant que les diagrammes de KOSSEL soient pris, on applique à l'échantillon un polissage électrolytique dans une solution d'acide orthophosphorique 70 % à une tension 1,6 V ; l'échantillon est rincé dans l'alcool et dans l'eau distillée puis séché dans un courant d'air chaud.

L'orientation de l'échantillon est déterminée par les diagrammes de KOSSEL :

$$\begin{array}{l} \rightarrow \\ N \end{array} \left(\begin{array}{l} U = 0,269 \\ V = 0,891 \\ W = 0,365 \end{array} \right.$$

La longueur d'onde utilisée dans les calculs est celle du Cu K $\alpha_1 = 1,5405 \text{ \AA}$ [26] ; nous utilisons une valeur de paramètre de $a_0 = 3,615 \text{ \AA}$, après deux itérations on obtient :

$$a_{cu} = 3,6150_3 \text{ \AA} \pm 0,0001 \text{ \AA}$$

La température du travail est celle de l'ambiante (23°C) ; ce résultat est obtenu en tenant compte de la correction de l'indice de réfraction du milieu cristallin, cependant nous n'effectuons pas de correction de température qui est probablement faible [27] , le résultat obtenu concorde avec les mesures de Ullrich et Coll [28] .

3.2.2 - Mesures sur les trichites

3.2.2.1 - Trichites de Cuivre

Deux méthodes sont utilisées : diagrammes de KOSSEL et de pseudo-KOSSEL.

a. Diagramme de KOSSEL Le cristal est orienté suivant une direction

$$\rightarrow N \quad (u = 0,271 \quad , \quad V = 0,515 \quad , \quad W = 0,813)$$

Paramètres mesurés

$$a_{cu} = 3,6163 \text{ \AA} \pm 10^{-4} \text{ \AA}$$

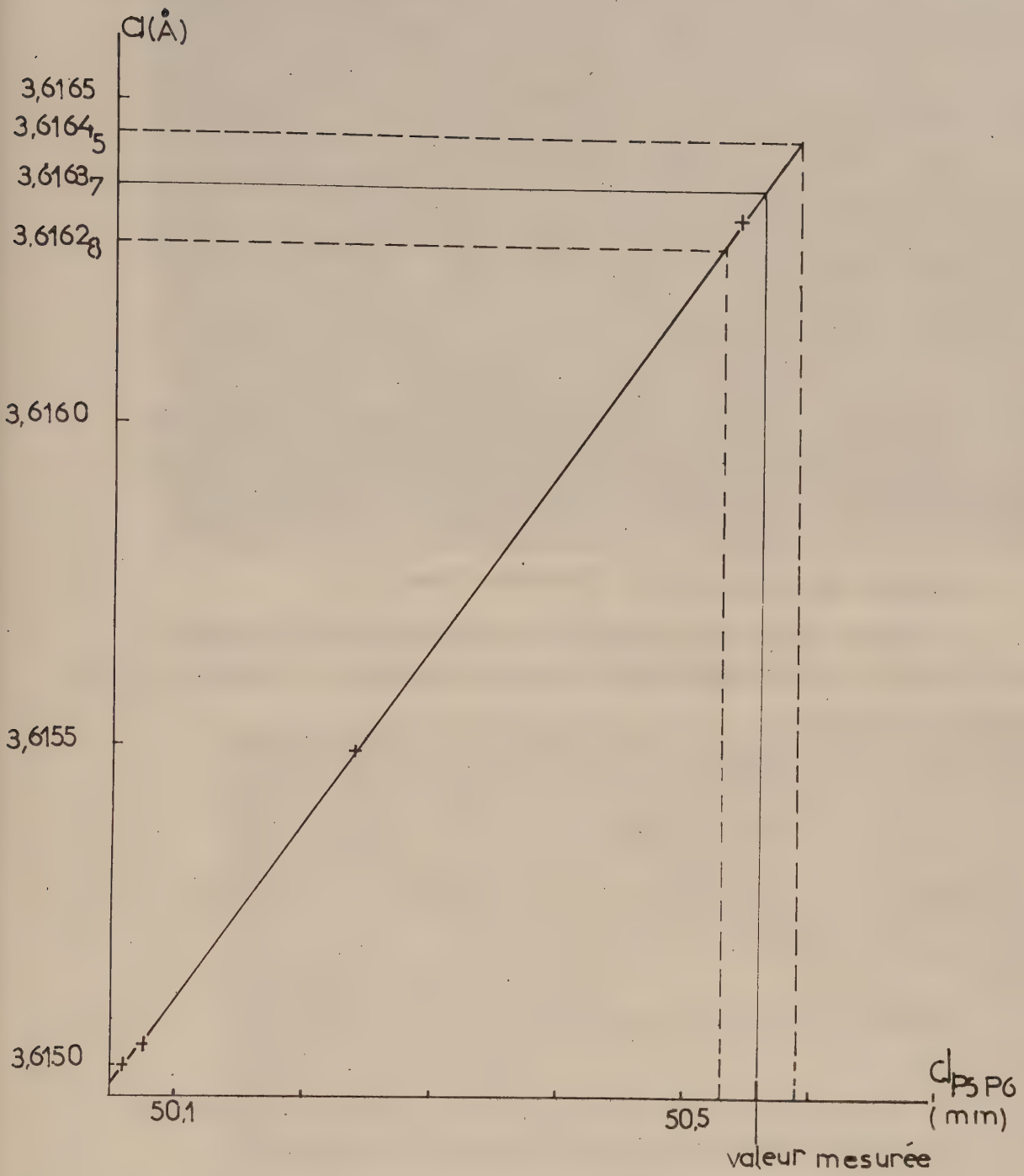


fig.32- Variation du paramètre du cuivre en fonction des distances R_{3P6} calculées

Les différents points utilisés dans la détermination de l'orientation et dans la mesure de paramètre sont les suivants :

	Orientation		Paramètre		Distance $P_5 P_6$
P_1	$(202) - (\bar{2}02)$	P_5	$(\bar{1}33) - (202)$	}	50,56
P_2	$(1\bar{1}1) - (\bar{1}\bar{1}1)$	P_6	$(133) - (\bar{2}02)$		
P_3	$(220) - (202)$				
P_4	$(11\bar{1}) - (1\bar{1}1)$				

La figure 32 présente la variation des paramètres calculés par itération en fonction de la distance $P_5 P_6$ calculée. La distance source X - film utilisée étant de 142,7 mm.

b. Diagramme de pseudo-KOSSEL (trichite d'axe $[110]$)

On utilise une feuille de cuivre polycristalline d'épaisseur 5 microns (fournie par GOODFELLOW METALS Ltd) pour produire la radiation $Cu K\alpha$. Les points choisis sont :

$$\begin{aligned}
 P_5 & \quad (133) - (313) \\
 P_6 & \quad (133) - (222) \\
 \text{Normale} & \quad \vec{N} \quad (U = 0,052 \quad , \quad V = 0,266 \quad , \quad W = 0,962)
 \end{aligned}$$

$$\text{Distance source X - film} = 140 \text{ mm}$$

Paramètres mesurés

$$a_{cu} = 3,6162 \cdot 10^{-4} \text{ }^{\circ} \text{ \AA}$$

Ces valeurs sont en bon accord avec les mesures effectuées par la méthode du cristal tournant sur une trichite de cuivre $[111]$.

La figure 33 montre un diagramme obtenu par cette méthode ; la finesse des taches de diffraction dénote une perfection élevée de la trichite utilisée.

Les paramètres calculés par cette méthode sont :

$$a = 3,6165 \text{ }^{\circ} \text{ \AA}$$



fig.33-Diagramme de diffraction par la méthode du cristal tournant.Trichite d'axe [III] (Cu).

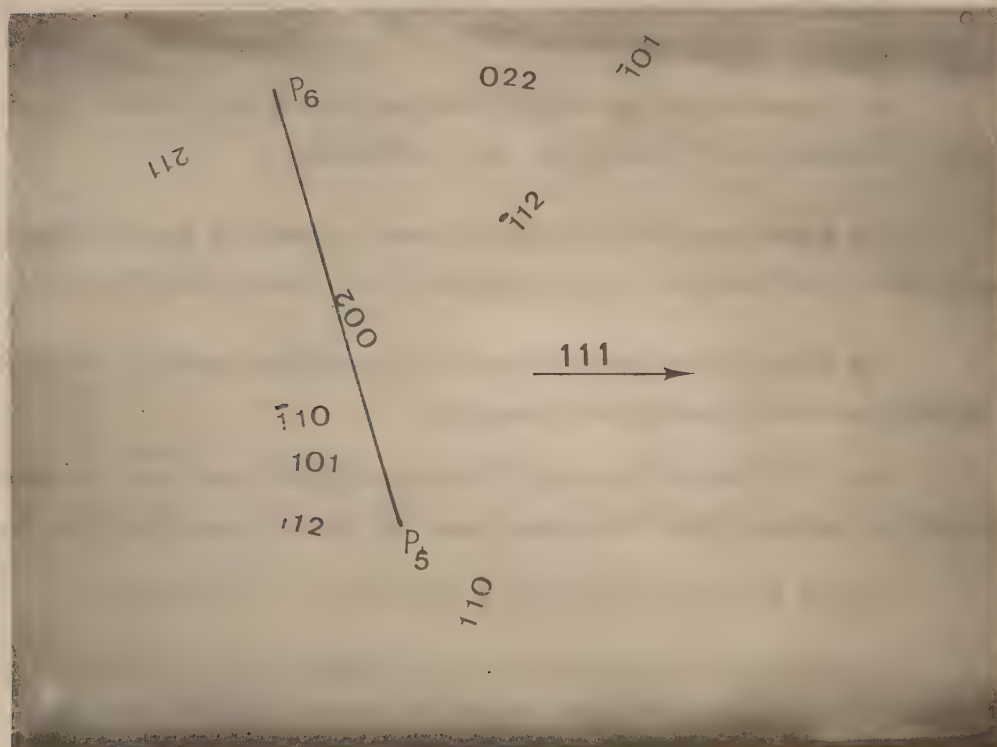


fig. 34- Mesure des paramètres.
Trichite de fer d'axe [III] .
Radiation Fe-K α_1 .

3.2.2.2 - Trichites de Fer

Nous n'utilisons que la méthode des diagrammes de KOSSEL pour examiner ces trichites. Le tableau suivant montre quelques résultats obtenus par la méthode générale.

N°	Normale			P ₅ HKL		P ₆ hkl		a ₀ en Å à 23°C
	U	V	W	1	2	1	2	
1	0.173	-0.538	-0.825	112	$\bar{1}12$	002	211	2,8705
2	0.07	-0.676	-0.733	$\bar{1}21$	121	002	211	2,8695
3	-0.03	-0.692	-0.720	112	$\bar{1}12$	002	211	2,8691
4	0.07	-0.399	-0.914	101	$\bar{1}10$	112	$\bar{1}12$	2,8680
5	-0.161	-0.33	-0.93	101	$\bar{1}10$	112	$\bar{1}12$	2,8685

(Résultat déterminé par la méthode analytique $a_0 = 2,8689_2$)

La figure suivante montre les positions des points P₅ et P₆ choisis sur l'échantillon 3 (trichite 24^{me} environ).

Les résultats de l'itération sont présentés par une variation des paramètres a₀ en fonction des distances P₅ P₆ calculées (fig. 35).

Les calculs ont montré que les paramètres mesurés sont supérieurs aux paramètres des échantillons massifs.

Les différentes sources d'erreurs possibles dans la détermination de paramètre peuvent être résumées dans les deux classes suivantes :

- Erreurs dues aux conditions physiques de la méthode
- Erreurs dues à la technique expérimentale.

Dans la première classe, on peut citer les erreurs dues à l'indice

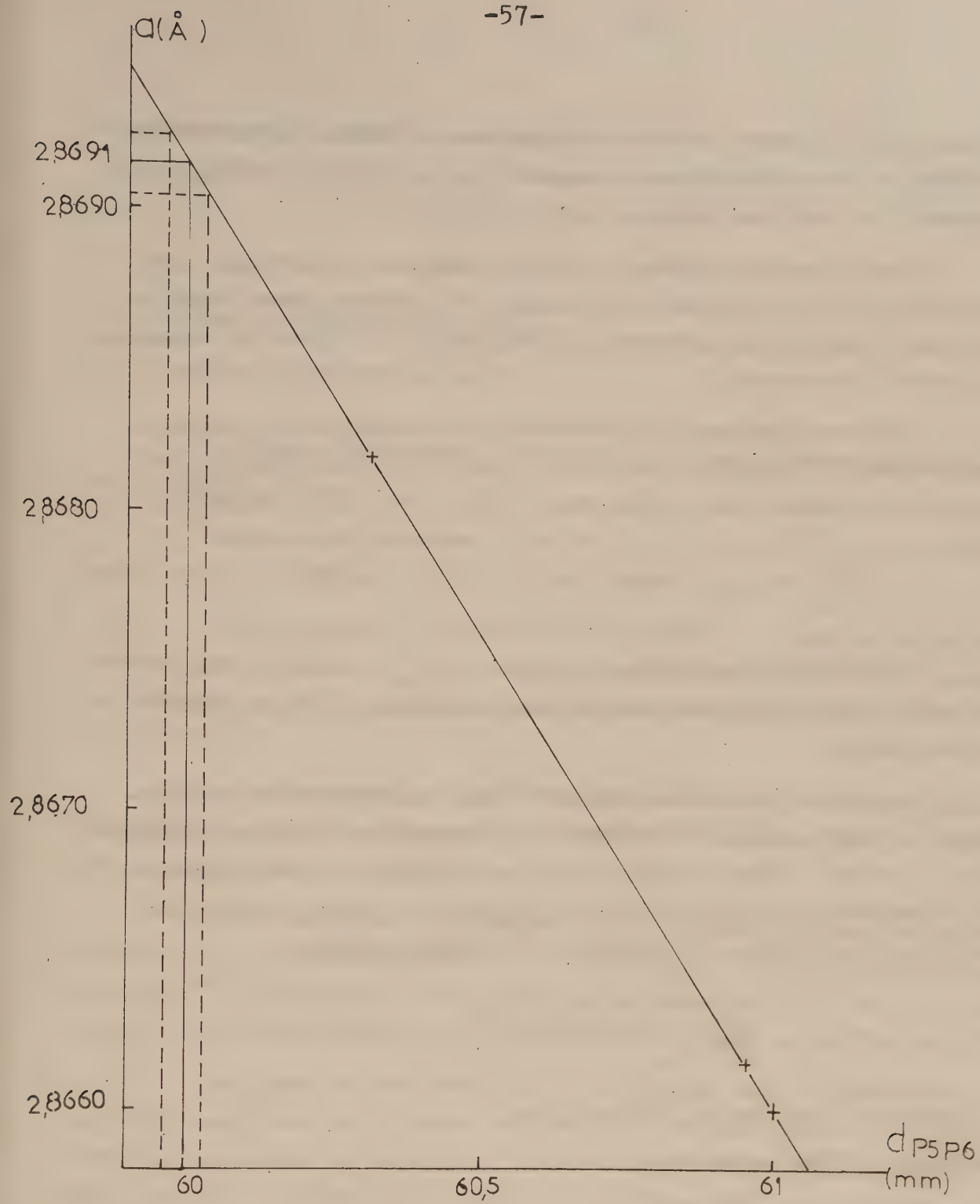


fig. 25 Variation du paramètre du fer en fonction des distances d_{P5P6} calculées

de réfraction, la largeur spectrale de la ligne de KOSSEL, les variations des radiations caractéristiques en passant du vide au milieu cristallin et inversement, le choix des points de mesure etc...

Dans la seconde classe, un facteur important intervient : l'échauffement local sous l'impact de la sonde, les erreurs peuvent être induites dans la mesure des distances, la déformation du film et la dimension de la source X ponctuelle.

Dans cette méthode, on a effectué une correction de l'indice de réfraction avant l'itération, les erreurs dues à la largeur spectrale et aux conditions limites sont probablement faibles. Par contre suivant (1), on a :

$$\frac{\Delta a}{a} = \Delta \theta / \operatorname{tg} \theta \quad [3.10]$$

Pour réduire les erreurs relatives $\Delta a/a$, il faut choisir θ assez grand c'est-à-dire qu'il faut choisir des lignes de KOSSEL (hkl) d'indices élevés.

La correction la plus importante dans les mesures par cette méthode est l'erreur due à l'échauffement local de l'échantillon sous l'impact de la sonde. L'effet thermique causé par la sonde se traduit par un excès de température au centre du spot, de rayon r . Castaing a donné dans le cas d'une feuille mince d'épaisseur e la formule suivante :

$$\theta_m = \frac{W}{4 \pi J C_e} \left(1 + 2 \lg \frac{R}{r_0} \right) \quad [3.11]$$

w = puissance absorbée par l'échantillon

C = conductibilité calorifique

J = équivalence mécanique

R = rayon pour que la surface externe soit à la température de l'enceinte

r_0 = rayon de la sonde

e = épaisseur de l'échantillon.

Le pouvoir émissif du filament est de 2 A/cm^2 , le coefficient d'aberration sphérique de la lentille objectif de 3,6 cm ; le diamètre de la sonde

peut être calculé suivant l'expression

$$d = 4,73 \left(\frac{i}{V} \right)^{3/8} \quad [3.12]$$

d en μm

i = courant de l'échantillon en μA

V = tension d'accélération en kV

La figure 36 montre la variation du diamètre théorique de la sonde en fonction de i et V.

Dans le cas du cuivre, $V = 28 \text{ kV}$, $i \approx 7 \cdot 10^{-8} \text{ A}$. On a $W \approx 2 \cdot 10^{-3} \text{ watt}$, avec $R \approx 0,05 \text{ cm}$, $C = 0,9$. On trouve $\theta_m \approx 1^\circ\text{C}$.

Par conséquent, la variation du paramètre en fonction de la température est $\frac{\Delta a}{a} = \alpha \theta$, α étant le coefficient de dilatation thermique. La variation de $\frac{\Delta a}{a}$ a le même ordre de grandeur que α ; pour le cuivre $\alpha = 16 \cdot 10^{-6}$.

Un calcul analogue a été effectué pour le fer; l'élévation de température maximale ne dépasse pas 2°C . On peut considérer que les paramètres sont obtenus à 2°C près.

Les erreurs dues aux mesures sont directement données par le procédé du calcul, une erreur de $0,02 \text{ mm}$ entraîne une perte de précision de l'ordre de $10^{-4} \text{ \AA}$. On estime qu'une précision de mesure de $3 \cdot 10^{-2} \text{ mm}$ a été obtenue, les résultats sont donc obtenus avec une précision de l'ordre $2 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$.

Ces résultats montrent que les paramètres des trichites sont légèrement supérieurs aux valeurs obtenues avec les monocristaux; la différence a pour causes probables une imprécision, conséquence de l'échauffement par la sonde électronique et de la structure même des trichites.

Suivant les formules de Castaing, on peut écarter la première hypothèse, il est probable qu'en raison de l'effet de surface et parce que les trichites possèdent un rapport surface - volume plus grand que celui des monocristaux, ce qui entraîne des paramètres plus grands. Une autre hypothèse serait les impuretés et les oxydes, on sait que les couches d'oxydes n'af-

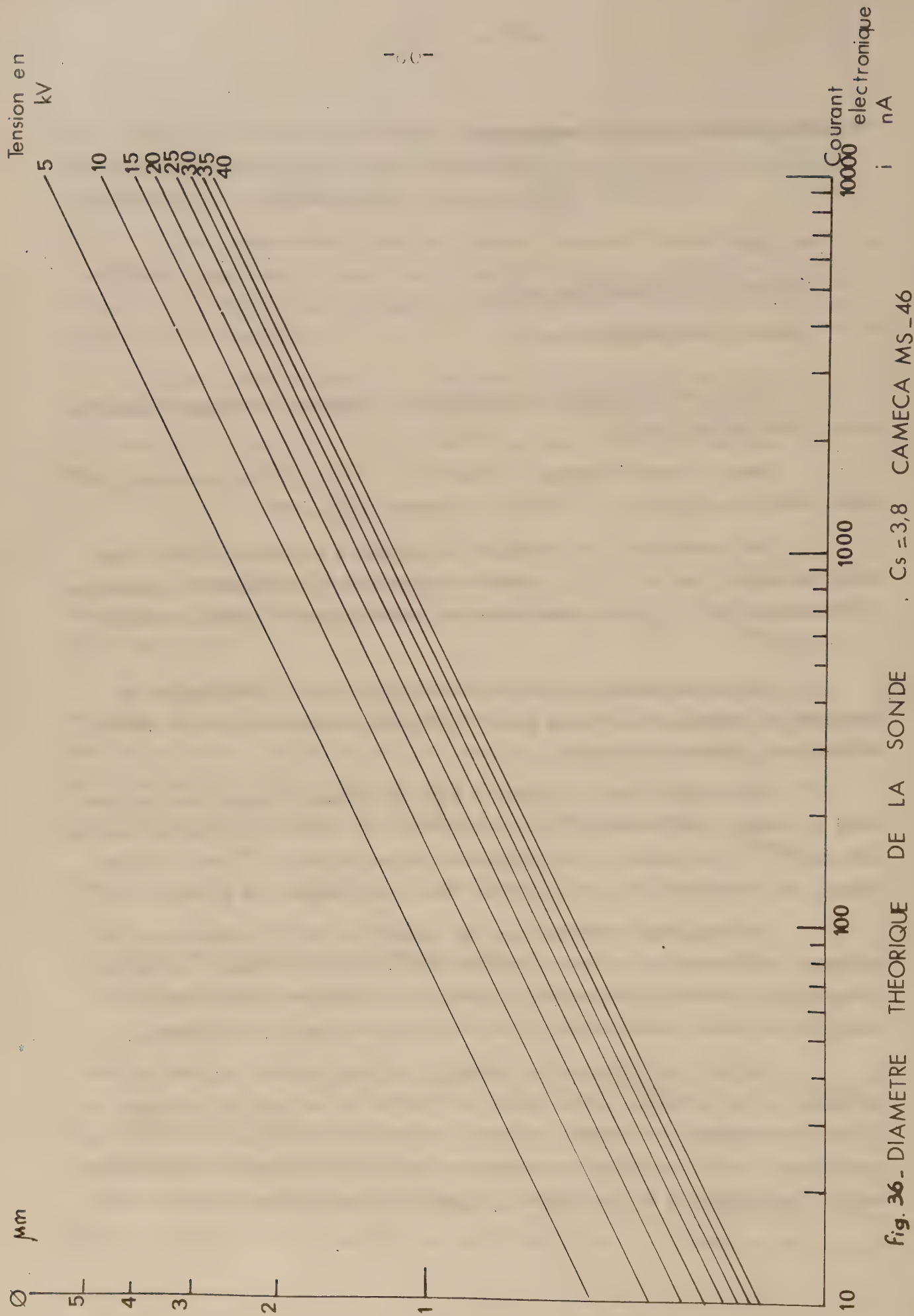


Fig. 36 - DIAMETRE THEORIQUE DE LA SONDE $C_s \approx 3,8$ CAMECA MS_46

fectent que la surface, or la méthode de KOSSEL par transmission donnera la structure interne plus que celle de la surface, donc cette hypothèse peut être écartée, d'ailleurs les trichites examinées sont loin d'être oxydées.

Les impuretés peuvent être détectées indirectement par la vitesse d'oxydation des trichites. Les trichites contenant beaucoup d'impuretés s'oxydent rapidement, tandis que les trichites de grande pureté s'oxydent très lentement à l'ambiante.

Les couches d'oxydes sont reconnues au microscope optique par leur teinte. Il s'agit en premier lieu de vérifier que les trichites de Cuivre et de fer utilisées ne sont pas revêtues d'une couche d'oxydes. D'autre part, la présence des oxydes modifie les structures cristallines, ce qui est facile à détecter à l'aide des diagrammes de KOSSEL [29] .

CHAPITRE 4

ETUDE DES DEFORMATIONS

ET DE LA RUPTURE DES TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER

4.1 - DEFORMATION PAR TRACTION DES TRICHITES DE CUIVRE

Nous avons effectué une étude des trichites de Cuivre soumises à une déformation par traction. Les trichites choisies possèdent une section très peu variable, une longueur de l'ordre de 1 cm et ne présentant pas de défauts apparents de surface. Elles sont montées entre les mors d'un support de traction suivant le schéma :

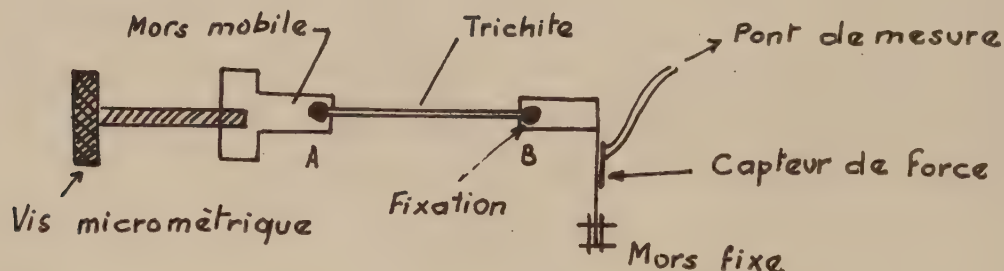


fig. 37 - Dispositif de traction

Le mors mobile est commandé par une vis micrométrique (pas 0,05 mm) et le mors fixe est constitué par une petite lame élastique portant un capteur de force. Le déplacement du point B est proportionnel à la force appliquée dont la linéarité peut atteindre 50 g. Après chaque déformation, on mesure le signal donné par le capteur pour connaître la force V (pont de Philips PR 9205), tandis que la déformation ε est mesurée directement par le microscope optique de la sonde.

Les trichites sont fixées au support par la peinture d'argent, qui est suffisamment solide pour les essais et ce mode de fixation n'introduit

pas de déformations aux trichites.

Les sections des trichites sont mesurées au microscope optique de grandissement 600 et par une coupe au rasoir au niveau de la fixation. Nous estimons une précision de 2 % sur ε et de 5 à 10 % sur la mesure de contraintes σ par ce procédé. Cette méthode est très imparfaite, mais elle permet cependant l'obtention des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ comme le montrent les figures 38 et 39. Nous élaborons actuellement un projet de remplacement, les mesures de ε d'une manière précise en utilisant des capteurs de déplacement en semi-conducteur (sensibilité de l'ordre de 10^{-6}) pour observer dans l'avenir les modules élastiques élevés des trichites (la limite élastique des trichites de cuivre correspond à une déformation de l'ordre de 0,2 %).

Nos résultats obtenus sont compatibles avec les différentes courbes de Shetty sur les trichites larges [30]. Les formes des courbes $\sigma = f(\varepsilon)$ laissent penser que la déformation par traction des trichites est effectuée suivant un mécanisme de dislocations. Nous avons pu observer un phénomène de propagation des bandes de glissement au cours de déformation. Il est intéressant de savoir l'arrangement des dislocations dans ces trichites après leur croissance pour pouvoir s'expliquer le mécanisme de la croissance, il existe des théories sur l'existence d'une dislocation vis axiale [31], les boucles de dislocations en équilibre [32], mais il y a peu de travaux sur les trichites larges (20 à 100 μ). La méthode de KOSSEL est limitée à ce point de vue par ses moyens d'investigation : les longueurs d'onde utilisées ne sont pas assez fines pour exploiter les champs de déformation créés par les dislocations ou les défauts.

Nous avons observé au moyen des diagrammes de KOSSEL quelques phases de la déformation par traction de deux trichites de cuivre orientées suivant [100] et [111] (figure 40 et 41).

Les trichites possèdent une perfection élevée au départ, les lignes de KOSSEL des plans principaux de glissement (plans (111) du système c. f. c.) restent fines, les lignes claires et sombres possèdent une configuration théorique (chapitre 1) ; les doublets $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ sont observables sur les plans d'indices élevés (240).

L'influence de la déformation du réseau cristallin sur la formation

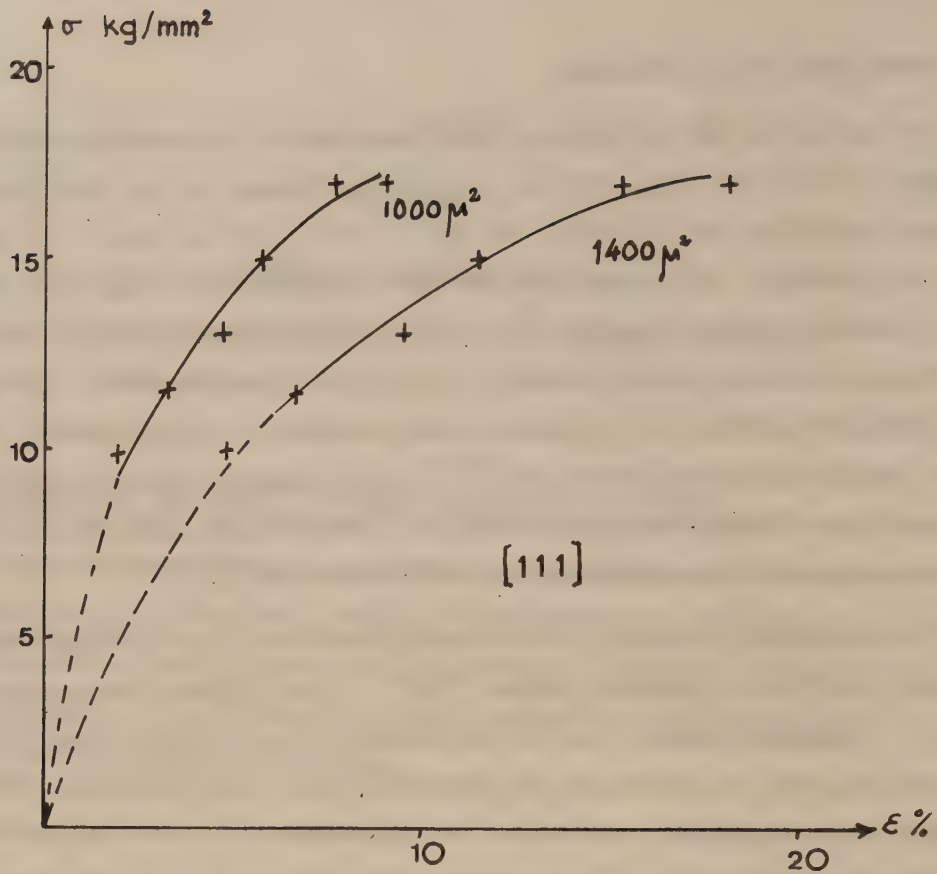


fig.38- Courbes contrainte-déformation par traction.
Trichites de cuivre d'axe $[111]$.

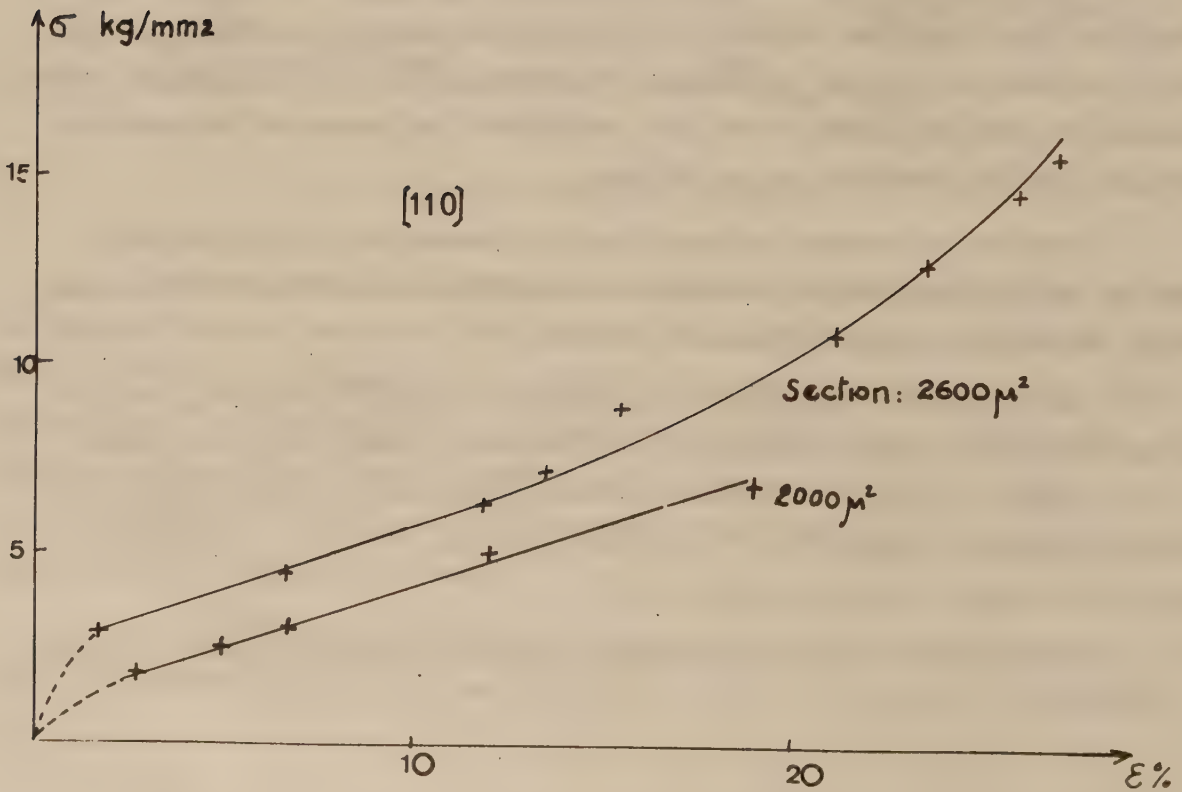


fig.39- Courbes contrainte-déformation.
Trichites de cuivre d'axe $[110]$.

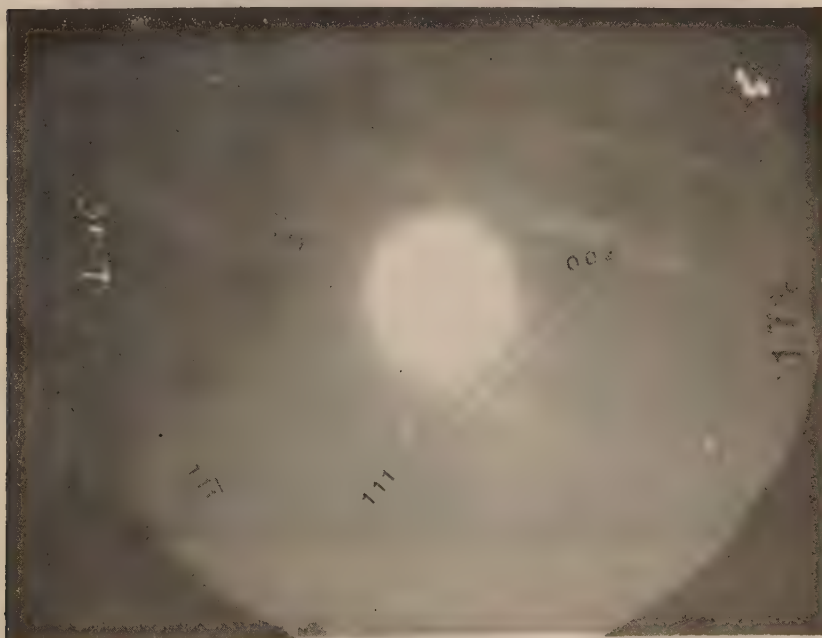


fig.40-Diagrammes de KOSSEL d'une trichite de cuivre
d'axe $[100]$, déformée par traction.

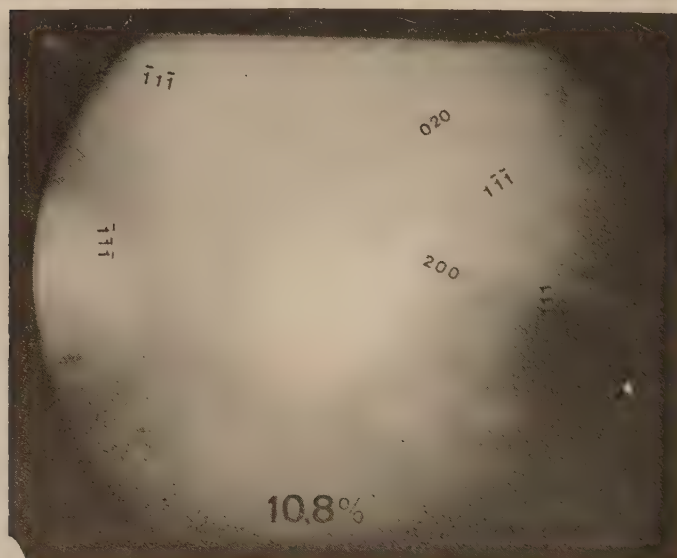
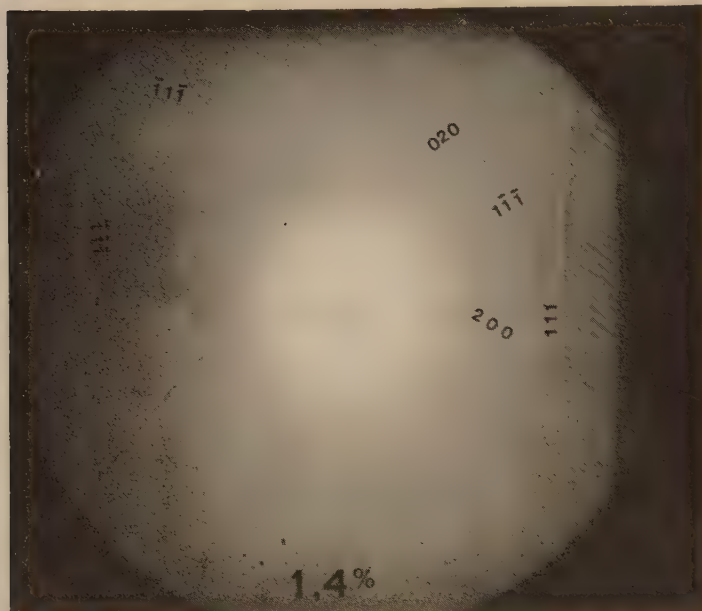
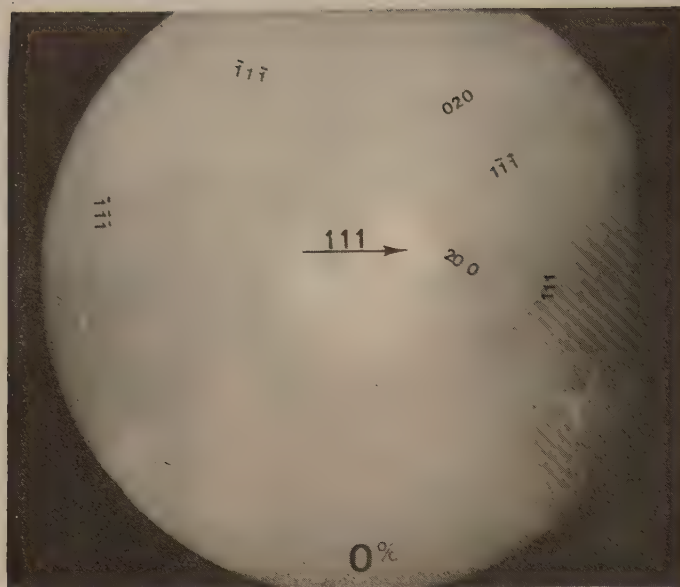


fig.4I-Diagrammes de Kossel d'une trichite de Zn.
d'axe $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, déformée par traction.

des lignes de KOSSEL se résume par les observations suivantes :

1. Certaines lignes de KOSSEL deviennent planes et disparaissent à un certain degré de distorsion du réseau, surtout pour les lignes d'indices élevés. Les lignes caractéristiques de la déformation telles que (111) persistent au cours de la déformation (ces lignes correspondent aux plans de glissement). Cette particularité dépend de la structure du cristal ainsi que son comportement vis à vis de la déformation par traction.

2. La déformation du réseau cristallin est caractérisée par un déplacement général des lignes de KOSSEL ainsi que leur intersection.

3. La séparation des lignes claires et sombres (figure 38 C) des plans (111) se produit à une certaine étape de déformation qui peut être interprétée par une diminution de l'épaisseur de l'échantillon et par une rotation locale du réseau cristallin.

4. L'élargissement des raies caractéristiques peut être mesuré pour évaluer la densité des défauts comme les dislocations [33] .

5. La déformation par traction se fait suivant un mécanisme de propagation des bandes de Luders ; jusqu'à la rupture on n'observe pas une fragmentation interne du cristal. Ce phénomène se traduit par un dédoublement des lignes de KOSSEL qui correspond à la diffraction simultanée de plusieurs microcristaux légèrement désorientés par rapport à une direction commune.

La figure suivante (fig. 42) montre une manifestation de ce phénomène, observée sur un monocristal de fer.

6. Les rotations des plans (hkl) sont fonction de la déformation comme le montre Imura [34] (figure 43).

Suivant cette figure, la variation de $\Delta\theta$ dépend des indices des plans ainsi que le système de glissement.

Kostyukova et Coll [35] ont constaté que les microcontraintes ne sont pas les causes de l'élargissement des lignes de KOSSEL, cet effet n'est dû qu'aux désorientations des microcristaux constituant le cristal ; la densité de dislocations ρ peut être calculée par une analyse des largeurs des lignes de KOSSEL suivant la méthode des profils de raies. Imura

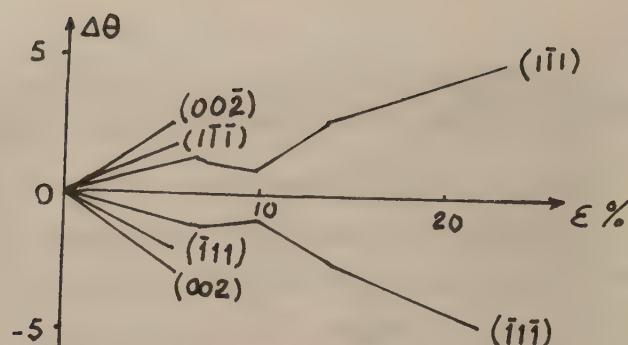


figure 43 - Rotation des plans (hkl) en fonction de ε [34]

[34] a proposé la relation suivante :

$$\rho = \frac{0,8 \lambda^2 \sec^2 \theta}{(W - W_0)^2} \quad (4.1)$$

(λ étant la longueur d'onde utilisée, θ est l'angle de Bragg correspondant à la ligne (hkl), W est la largeur mesurée, W_0 est la largeur instrumentale).

Mais jusqu'ici ce problème n'a pas connu encore de vérifications adéquates. La plupart des auteurs se servent de cet élargissement pour étudier les désorientations de différentes parties du cristal. Il existe des modèles proposés pour expliquer la discontinuité et l'irrégularité des lignes de KOSSEL [36]; les notions de dislocations sont considérées par ces théories.

De cette étude, on voit que la déformation par traction des trichites de cuivre introduit des défauts importants dans le réseau cristallin (élargissement des lignes (hkl) car dans une déformation effectuée sans défauts, on observe un changement de paramètre, les lignes resteront fines. Nous avons établi un projet d'étude de la corrélation entre le degré de déformation du réseau avec la largeur des lignes de KOSSEL, les calculs dont nous disposons actuellement peuvent être utilisés pour étudier la distorsion du réseau ainsi que la rotation de la normale du cristal.

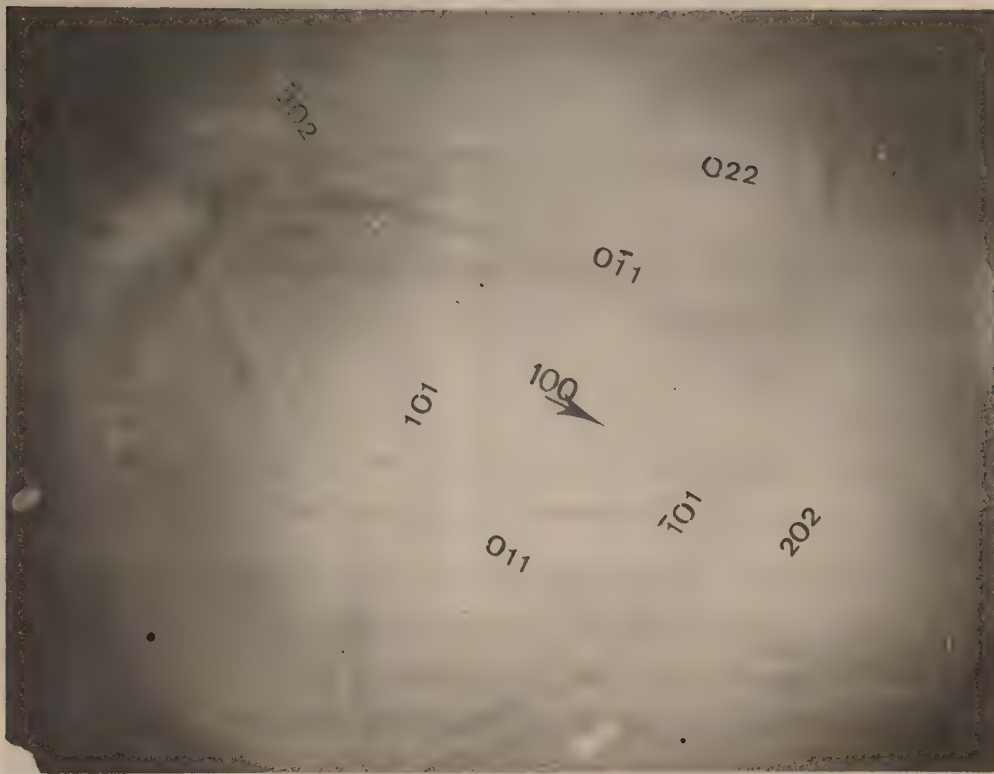


fig.42-Fragmentation interne dans le fer.

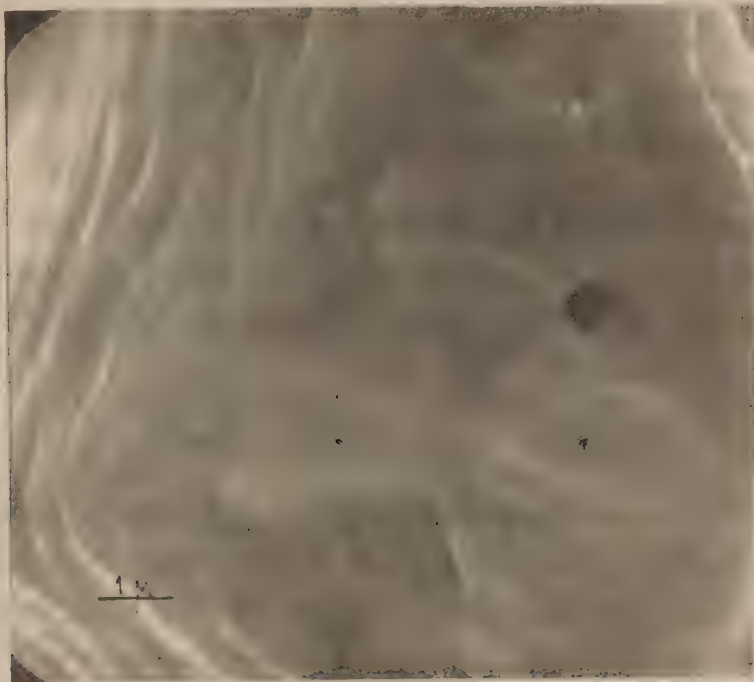


fig.44-Cupule dans une trichite de cuivre [III].

4.2 - ETUDE DES RUPTURES DE TRICHITES DE CUIVRE ET DE FER

Les trichites d'orientation les plus probables ($[111]$ et $[110]$ pour le cuivre, $[100]$ et $[111]$ pour le fer) sont tractionnées à une vitesse de déformation de 10^{-2} s^{-1} jusqu'à la rupture. Nous avons choisi des trichites de diamètre voisin d'une vingtaine de microns et de longueur proche du centimètre.

Le faciès microfractographique des ruptures est ensuite examiné en microscopie à balayage.

Résultats :

Nous pensons que la croissance des trichites s'est effectuée sans impuretés notables, car l'observation de cupules est très rare (fig. 44).

En général, la rupture est ductile, la striction est importante (voisine de 100 %) et le faciès de rupture est réduit à une ligne de direction cristallographique bien déterminée (fig. 45). Cette ligne est perpendiculaire à l'axe des trichites orientées suivant $[111]$

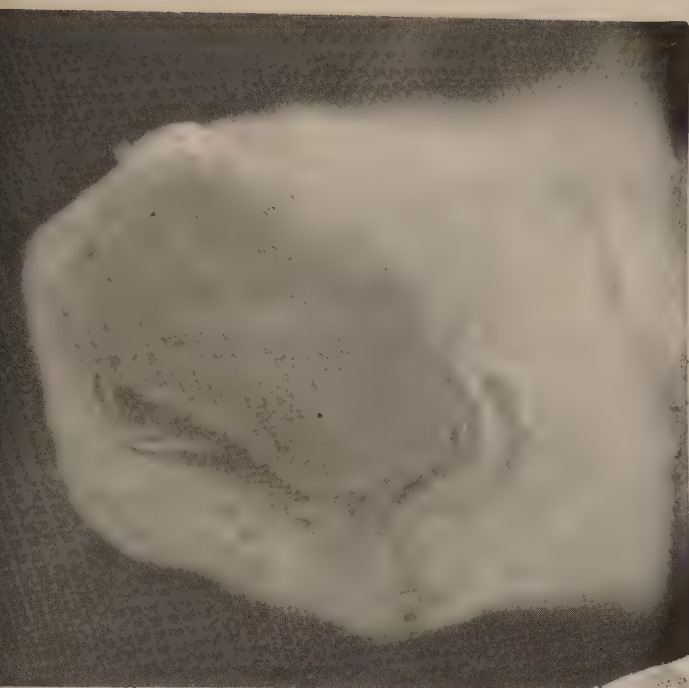
a. Les figures 46 montrent les différentes morphologies de la rupture des trichites de cuivre et de fer d'axe $[111]$. Dans le cas du cuivre la ligne de rupture est contenue dans un plan de type $(01\bar{1})$ et elle est parallèle à une direction $[\bar{2}11]$.

Par contre, pour le fer, cette ligne contenue dans un plan de type $(\bar{2}11)$ est parallèle à une direction $[01\bar{1}]$.

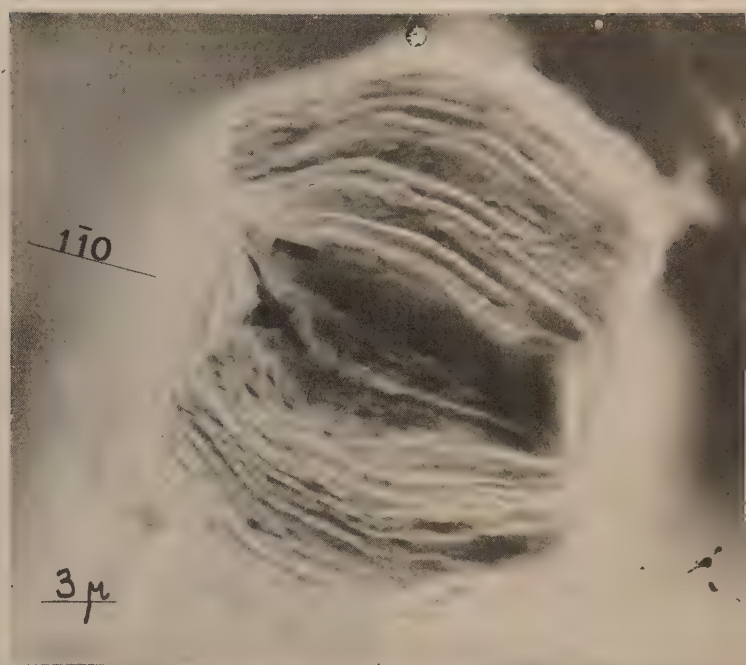
b. Pour les trichites de cuivre et de fer d'axes $[110]$ et $[100]$ on observe les mêmes directions $[\bar{2}11]$ et $[01\bar{1}]$ des lignes de rupture (fig. 47), avec apparition d'une forte densité de lignes de glissement correspondant aux traces des plans (111) .

Conclusion :

Cette étude a démontré une absence des cupules dans les faciès de rupture des trichites, les trichites de cuivre et de fer de directions de croissance les plus probables se rompent de manière ductile par striction importante avec les lignes de rupture de direction de type $[11\bar{2}]$ pour le cuivre et $[1\bar{1}0]$ pour le fer.



a)

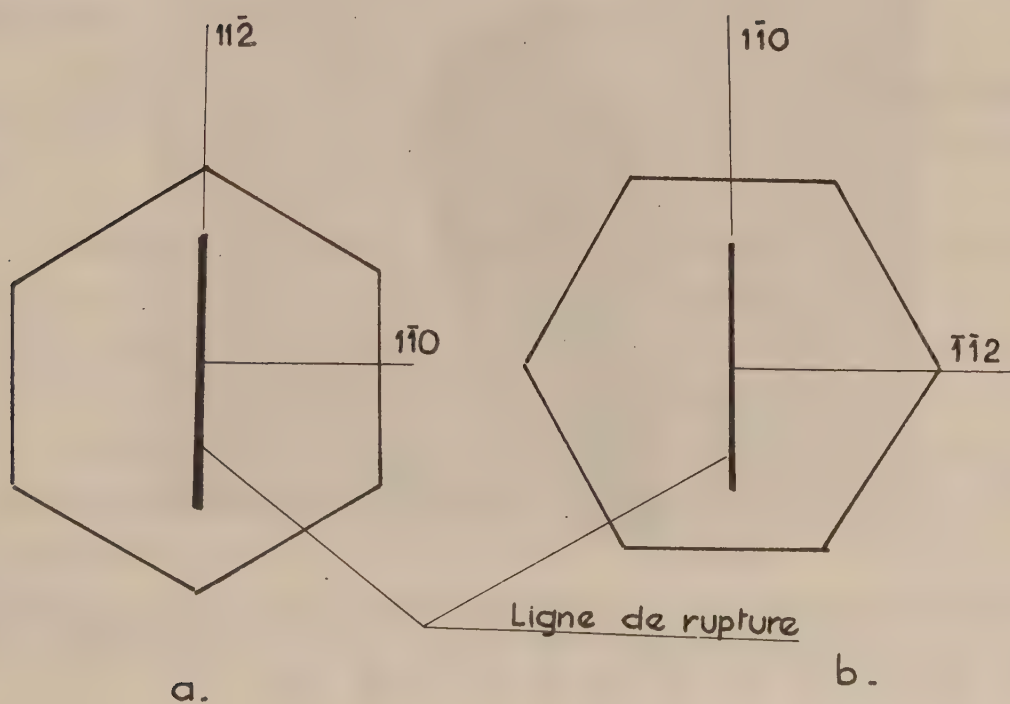


b)

fig.45-Faciès de rupture, trichites d'axe [III]

a)cuivre

b)fer.



a.

b.

fig.46-Schémas montrant l'aspect des lignes de rupture

du cuivre (a) et du fer (b).

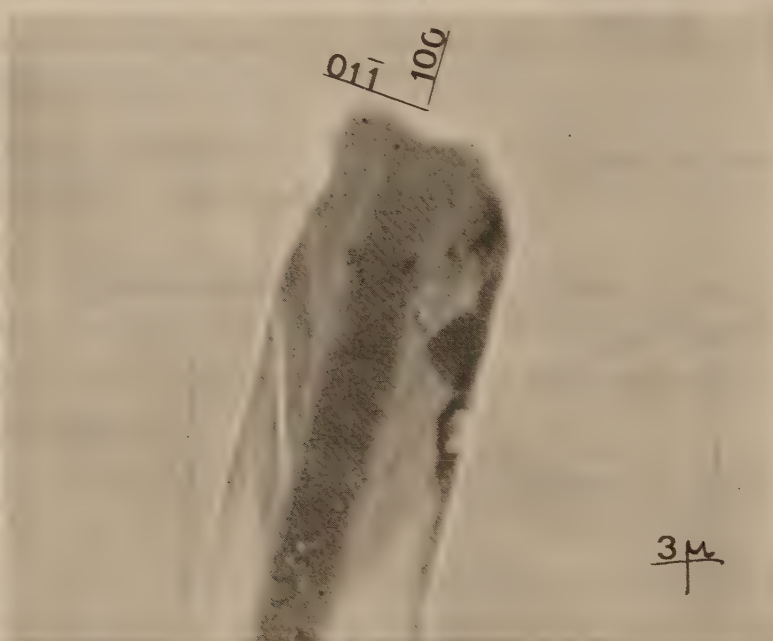
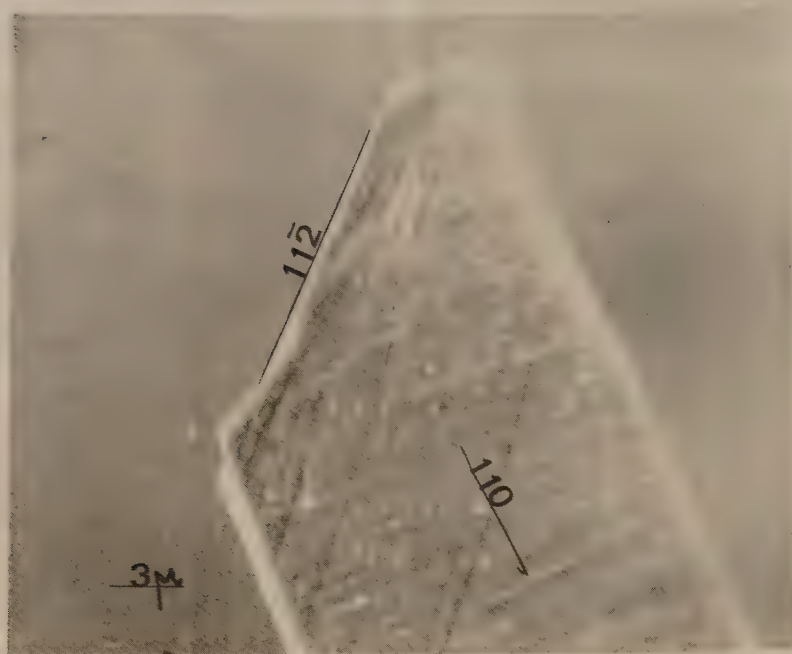


fig.46-Faciès de rupture des trichites de cuivre d'axe $[110]$ (a) et de fer d'axe $[100]$ (b).

C H A P I T R E 5

ETUDE DES DEPOTS EPITAXIQUES DU NICKEL SUR LEURS SUBSTRATS MONOCRISTALLINS DE CUIVRE

5.1 - CROISSANCE EPITAXIQUE ET CROISSANCE TEXTUREE DES DEPOTS ELECTROLYTIQUES

La croissance des dépôts électrolytiques a été l'objet de nombreuses recherches ; elle dépend de plusieurs facteurs expérimentaux et s'effectue en général en deux étapes [37 , 38] :

5.1.1 - Croissance épitaxique

Le dépôt possède une orientation cristallographique déterminée par celle du substrat cathodique. Dans le cas des substrats monocristallins, le dépôt est monocristallin et possède la même orientation que son substrat.

5.1.2 - Croissance texturée

Dans certaines conditions expérimentales, le dépôt devient polycristallin quelque soit la nature du substrat. Il possède alors une texture de fibre dont l'axe est défini par les conditions d'électrolyse.

Souvent, il existe des contraintes résiduelles dans les dépôts électrolytiques par la différence de nature entre ceux-ci avec leur substrat [39] .

Plusieurs théories ont été élaborées pour expliquer ce phénomène : déposition de l'hydrogène en même temps que le dépôt métallique [40] , formation des composés [41] , température élevée de surface [42] , défauts du réseau cristallin [43] , tension de la surface [44] .

La plupart de ces théories ne tiennent pas compte de l'influence du substrat dans la détermination de la structure et des contraintes dans le dépôt ; ce facteur a été pris en considération par Jesser et Coll [45] , puis par Thomson et Lawless [46] . Ces derniers ont pu déterminer les déformations des dépôts de nickel et de l'or sur des substrats monocristallins de cuivre

par des mesures sur un diffractomètre.

Nous avons étudié ce problème au moyen des diagrammes de KOSSEL par transmission, qui permettent de déterminer directement les paramètres ainsi que toute déformation induite du réseau cristallin du dépôt.

5.2 - ETUDES EXPERIMENTALES

5.2.1 - Préparation des dépôts

Le substrat est obtenu à partir d'un barreau monocristallin de cuivre obtenu au laboratoire par la méthode Bridgman. Le barreau a été orienté par les diagrammes de Laue avant d'être coupé par électro-érosion en lames de 1 mm, son épaisseur est ensuite réduite au environ de 0,1 mm par un dressage de même procédé.

Pour obtenir de bons dépôts, les substrats ont subi un polissage électrolytique dans une solution d'acide orthophosphorique à 70 % sous une tension de 1,6 V. Le substrat est ensuite rincé successivement à l'eau distillée et à l'alcool. Il est séché dans un courant d'air chaud et recouvert sur une face d'une couche de vernis de protection. Avant de mettre le dépôt le substrat subit un polissage électrolytique de nouveau, ensuite il est rincé et séché.

Le bain de nickel choisi est un bain de Watt dont la composition est :

280 g/l de $\text{SO}_4 \text{ Ni}$; 7 H_2O

48 g/l de Ni Cl_2 ; 6 H_2O

30 g/l de $\text{BO}_3 \text{ H}_3$

5.2.2 - Microdiffraction des dépôts avec leur support

Nous avons utilisé la méthode des diagrammes de KOSSEL par transmission pour examiner les dépôts. Seuls les dépôts épitaxiaux donnent lieu à un diagramme de KOSSEL. Selon Froment et Coll [38] la croissance épitaxiale sur les plans (200) intervient jusqu'à 75 microns, il en est de même pour les plans (110), tandis que sur les plans (111) l'épitaxie a une faible

épaisseur qui est de l'ordre du micron, quelque soient les conditions d'électrolyse.

Nous nous sommes donc limités à l'étude des dépôts épitaxiaux de nickel sur les plans de type (100) du cuivre car les dépôts sur les plans (111) deviennent rapidement polycristallins au-delà du micron ; dans ce cas le dépôt se comporte comme un filtre pour les raies caractéristiques du cuivre. Les diagrammes de Laue correspondants ne présentent que des cercles diffus. Les figures suivantes montrent un dépôt épitaxial sur (100) et un dépôt polycristallin sur (111). L'observation est faite au microscope à balayage. (figures 47, 48, 49, 50).

Les dépôts épitaxiaux présentent des pyramides qui ressemblent aux figures d'attaque tandis que les dépôts polycristallins présentent des formes arrondies.

Les diagrammes de KOSSEL sont pris sur les dépôts avec leur substrat suivant le schéma de la figure 51. La source des rayons X est générée dans le cuivre sous le bombardement électronique des électrons de 29 kV. Dans le cas des dépôts épitaxiaux du nickel sur le cuivre (100) on observe une superposition d'un diagramme de nickel et d'un diagramme de cuivre ; comme le cuivre possède des paramètres plus grands ($3,615 \text{ \AA}$ pour le cuivre et $3,529 \text{ \AA}$ pour le nickel), les lignes de KOSSEL du cuivre entourent celles du nickel.

Nous avons fait des essais sur les dépôts dont les substrats sont orientés suivant (110) et (111), les diagrammes obtenus ne manifestent pas une épitaxie comme dans le cas du cuivre (100).

5.2.2.1 - Relation épitaxiale

La figure 52 montre l'épitaxie d'un dépôt de nickel sur son substrat de cuivre orienté suivant (100). La densité de courant utilisée étant de 10 mA/cm^2 et le temps utilisé est de 165 mn. Le parallélisme entre toutes les lignes de KOSSEL du nickel et du cuivre montre que l'épitaxie est $(100)_{\text{Ni}} // (100)_{\text{Cu}}$. La finesse des lignes de KOSSEL et leur régularité prouvent que les substrats utilisés et les dépôts correspondants ne sont pas déformés ; nous avons signalé dans les paragraphes précédents que cette méthode ne permet pas d'étudier la formation des dislocations de surface [48]

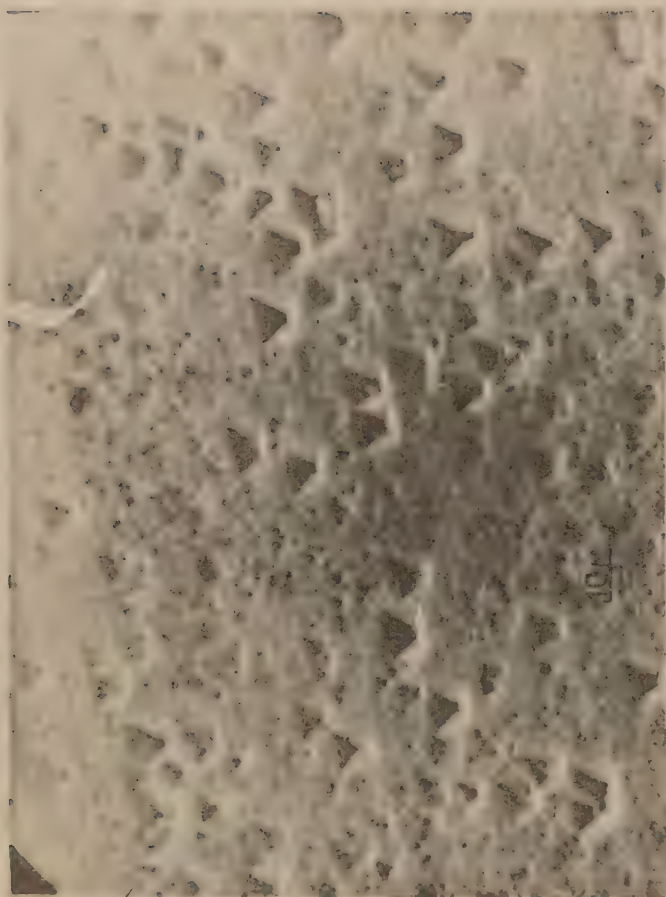


Fig.47 et 48-Dépôt épitaxial du Ni sur un monocristal de Cu (100), 10 mA/cm², 210 minutes.

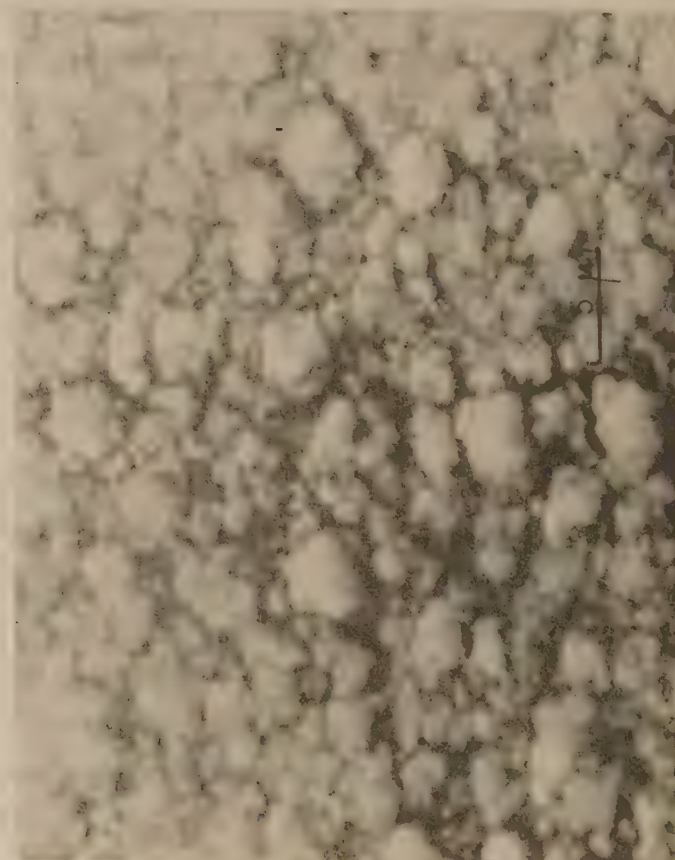
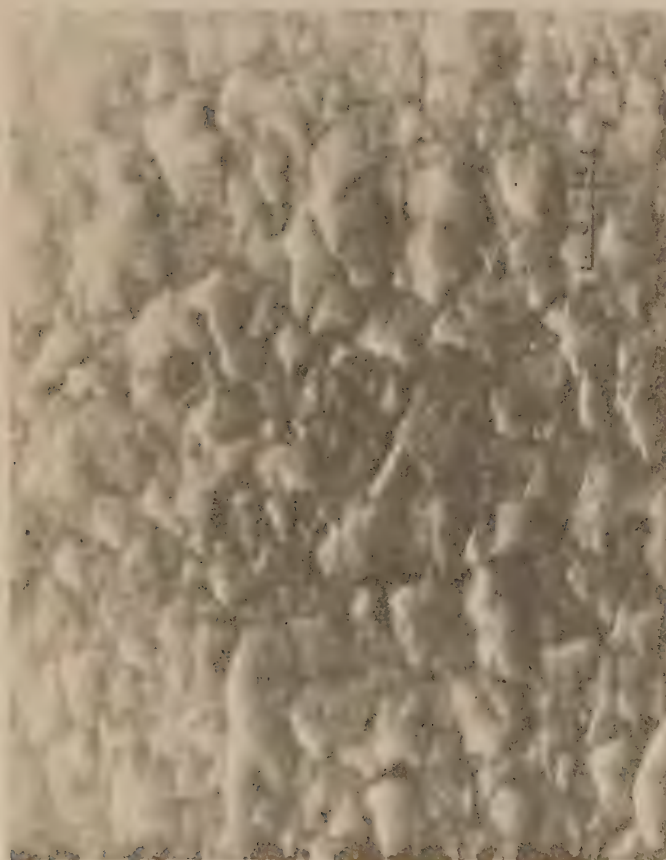


fig. 49-50-Dépôts de Ni polycristallins sur monocristaux de Cu (111), 10 mA/cm², 210 mn.

ou les micromâcles [49] dans les dépôts/

5.2.2.2 - Structure des dépôts de nickel

Les dépôts de nickel obtenus ne possèdent pas la structure cubique à faces centrées (c.f.c.) comme le nickel monocristallin massif, dans ce cas les diagrammes types tracés à l'avance montrent que les lignes (111), (024) et (200) sont concourantes, ce qui n'est pas vérifié sur les diagrammes obtenus expérimentalement. On constate que les lignes (111) se décalent légèrement vers le pôle (100) de l'intersection (024) - (200). Les calculs ont montré que cette configuration correspond donc à une structure tétragonale centrée avec le paramètre suivant la normale, plus petit que les deux autres paramètres du plan de base. Les figures 53 montrent les positions de ces trois lignes en fonction des variations des paramètres. Cette remarque est importante pour la mesure des paramètres.

L'épaisseur du dépôt peut être calculée suivant la formule suivante [47].

$$t = \frac{T \times d}{1,667 \times E \times i_k \times f} \quad (5.1)$$

t : le temps de dépôt en minutes

T : épaisseur du dépôt en μm

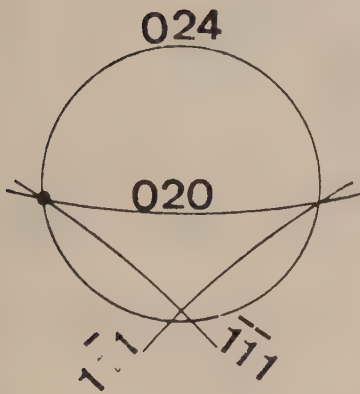
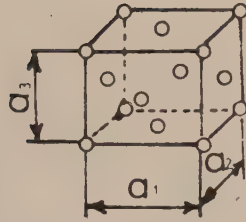
d : densité du métal déposé en g/cm^3

i_k : densité de courant utilisée en A/dm^2

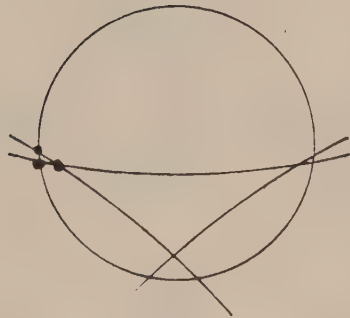
E : équivalence électrochimique du métal déposé en $\text{g/A} \cdot \text{h}$

f : rendement cathodique.

Nous avons effectué deux mesures pour déterminer les différents paramètres de cette formule. Les faces du substrat massif utilisé étant de l'orientation [100] et [111]. Pour un temps de deux heures, l'épaisseur est de 10μ sur la face [100], le dépôt sur la face [111] est légèrement plus faible : 8μ , nous pensons que la vitesse de croissance du dépôt sur cette face est plus faible que sur celle de la face [100]. Pour une durée de 4 heures l'épaisseur du dépôt de nickel est de 20μ sur [100]. La densité du courant utilisé dans ces deux cas est de 10 mA/cm^2 ou 1 A/dm^2 . Nous pourrions



$$a_1 = a_2 = a_3$$



$$a_1 = a_2 \neq a_3$$



$$a_1 = a_2 > a_3$$

fig.53- Intersections des lignes (024),(020),(III)
en fonction des paramètres a_1, a_2, a_3 .

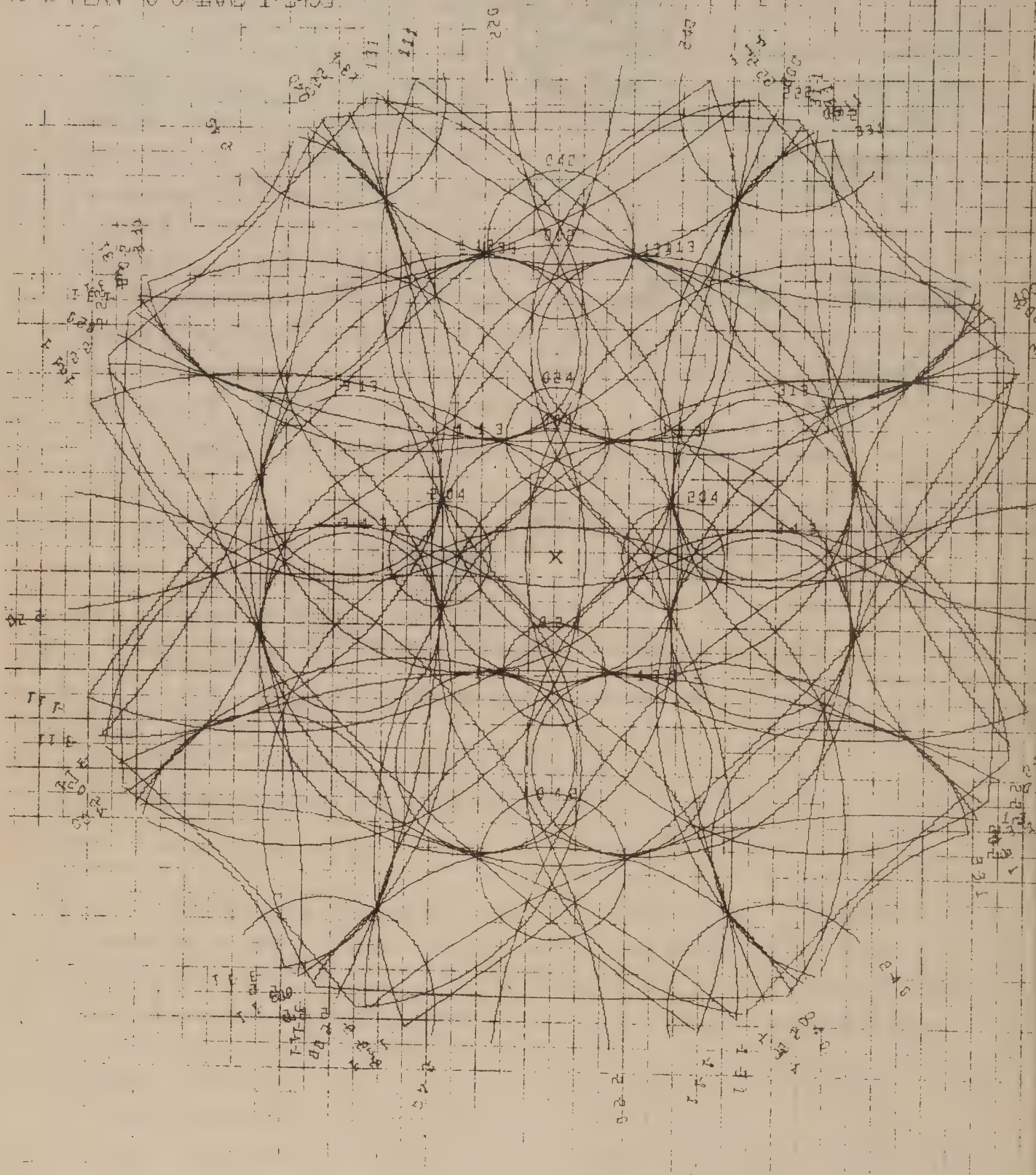


fig.54-Projection stéréographique du nickel tétragonal
centré, $a_1 = a_2 = 3,529\text{\AA}$, $a_3 = 3,508\text{\AA}$.
Plan(001).Radiation= $1,5045\text{\AA}$.

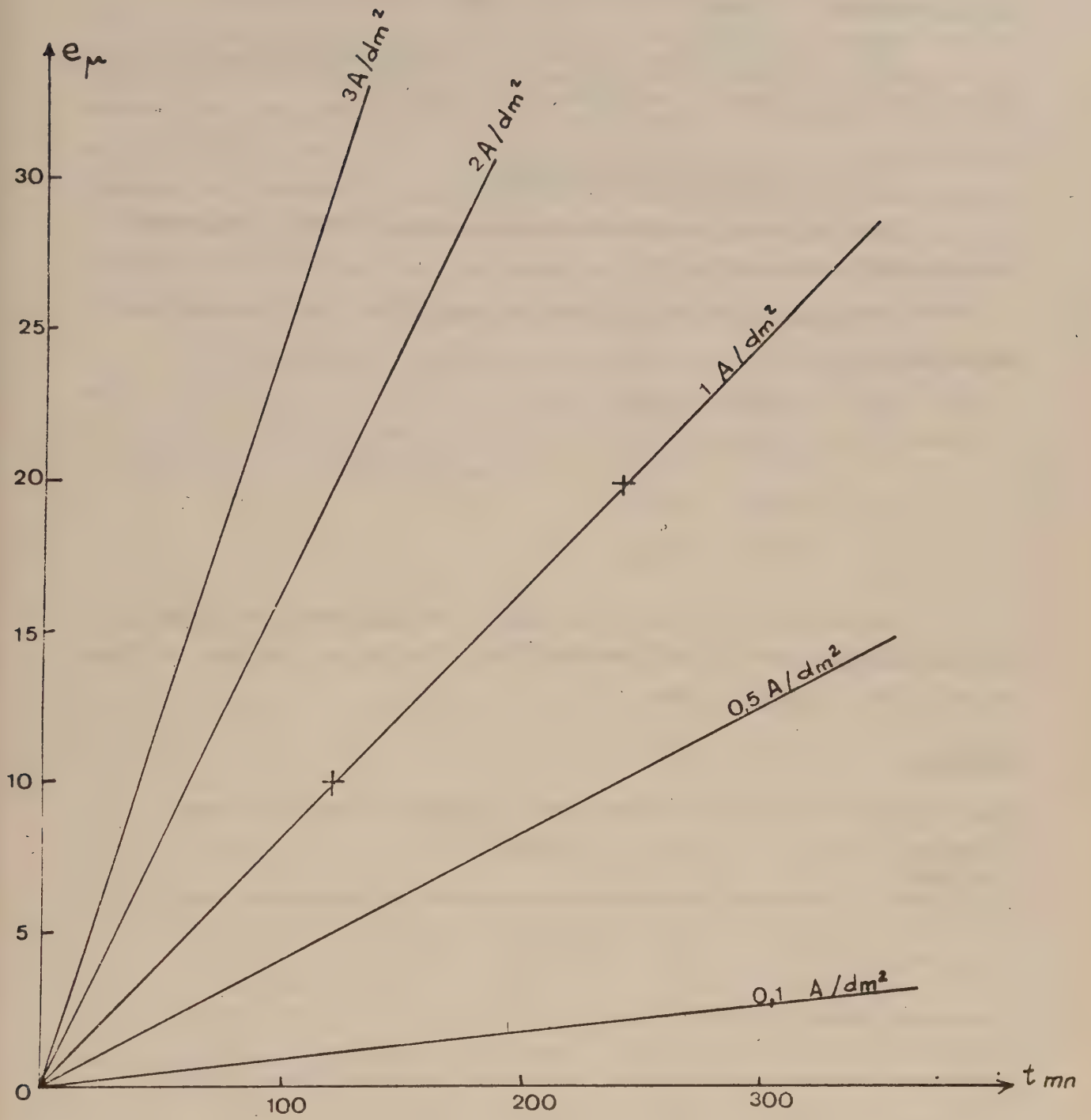


fig.55-Epaisseurs des dépôts en fonction du temps.

ainsi déterminer le produit $E \times f = 0,4479$.

Les courbes suivantes donnent la variation de l'épaisseur du dépôt en fonction du temps et de la densité de courant.

5.2.2.3 - Mesures des paramètres

Nous utilisons la méthode générale pour déterminer les paramètres des dépôts du nickel.

L'orientation du cristal est déterminée par les intersections suivantes :

$$P_1 : (0\bar{2}2) - (022)$$

$$P_2 : (0\bar{2}2) - (022)$$

$$P_3 : (202) - (\bar{2}02)$$

$$P_4 : (202) - (\bar{2}02)$$

Les calculs montrent qu'en général les substrats sont orientés à quelques minutes d'arc de la direction $[100]$. La valeur initiale utilisée est de $3,529 \text{ \AA}$ pour le nickel.

Résultats :

Epaisseur : du dépôt	$a_1 = a_2$	$\varepsilon \%$	$\sigma \text{ kg/mm}^2$	a_3	$\varepsilon_{33} \%$
20 μ	3,5310	0,061	11,6	3,5262	- 0,07
	3,5302	0,03	6,86	3,5273	- 0,04
	3,5307	0,05	9,8	3,5267	- 0,06
17,6 μ	3,5318	0,08	16,62	3,5252	- 0,11
15 μ	3,5325	0,10	20,54	3,5243	- 0,13
	3,5319	0,08	16,75	3,5251	- 0,11
13,8 μ	3,5361	0,20	41,2	3,5177	- 0,26
	3,5327	0,10	21,3	3,5241	- 0,14
	3,5348	0,17	34,2	3,5213	- 0,22
	3,5372	0,23	47,6	3,5183	- 0,30

Les contraintes tangentielles sont calculées suivant la formule :

$\sigma = E \varepsilon$ avec $E_{100} = 2,0500 \text{ kg/mm}^2$ [46] . Ces résultats montrent que les dépôts de nickel sont soumis à une tension, les précisions de mesures dépendent donc des précisions obtenues par la mesure des paramètres qui sont de $\pm 1 \cdot 10^{-4} \text{ \AA}$, ε est connu à 0,01 donc on peut dire que les valeurs de contraintes sont connues à 2 kg/mm^2 près. On constate une dispersion augmentée de résultats lorsque l'épaisseur du dépôt diminue ; ce fait est dû aux difficultés de mesures sur les diagrammes de KOSSEL, les dépôts minces ne donnent pas de contraste suffisant pour que les mesures soient meilleures.

La méthode par transmission présente un grand inconvénient dans cette étude par le problème de contraste des diagrammes de KOSSEL. Nous pensons que la méthode par réflexion est plus appropriée dans la mesure des dépôts de très faible épaisseur.

CONCLUSION

Nous avons montré par ces études l'efficacité de la méthode des diagrammes de KOSSEL dans l'étude des microstructures. L'inconvénient de cette technique est son caractère local qui ne permet pas une étude globale comme dans les autres techniques radiocristallographiques. La méthode ne peut être utilisée dans l'étude directe des défauts cristallins tels que dislocations, défauts d'empilement, interstitiels ... par les moyens utilisés, mais elle peut fournir par l'intermédiaire de l'étude des profils des lignes de KOSSEL, un calcul probable de densité de dislocations selon les théories des rayons X [50]. La technique a une grande performance dans les études des interfaces, des joints de grains ou des échantillons de petites dimensions : phases intermétalliques, martensites, oxydes [51] ; les dimensions de ces échantillons ne permettent pas un accès facile par les autres méthodes radiocristallographiques.

Le dépouillement des diagrammes nécessite une automation dans les calculs, par contre l'expérimentation reste simple. La méthode a un avantage remarquable sur la réduction du temps d'exposition qui est généralement très long dans l'utilisation des méthodes RX classiques. Il est incontestable que cette technique est un instrument de choix pour les problèmes de mesure des paramètres; on a pu déterminer directement la variation des distances réticulaires d_{hkl} pour en déduire les contraintes élastiques.

Les diagrammes de KOSSEL par transmission ne permettent pas l'étude des couches superficielles de l'échantillon ; nous envisageons de contourner les difficultés du problème par un projet de fabrication d'une caméra de KOSSEL par réflexion et adaptable à notre sonde ; nous pensons que cette technique permet d'étudier les déformations élastiques le long des fissures de corrosion ou de la rupture. Nous avons montré également que les diagrammes de KOSSEL peuvent être utilisés dans l'étude des structures; nous envisageons de compléter cette étude par une étude de profils en relation avec les défauts cristallins.

BIBLIOGRAPHIE

- I - E. RUTHERFORD, E. N. ANDRADE
Phil. Mag. 28, 263 (1914)
- 2 - H. SEEMAN
Ann. Physik 7, 633 (1930)
- 3 - W. KOSSEL
Ann. Physik 25, 512 (1936) - 26, 533 (1936) -
23, 677 (1935).
- 4 - M. VON LAUE
Ann. Physik 23, 705 (1935) - 28, 295 (1937).
- 5 - A. G. PEACE, G. E. PRINGLE
Phil. Mag. 53, 1227 (1952)
- 6 - R. CASTAING
Thèse Paris (1951).
- 7 - M. H. NGUYEN, R. COZIC, S. OFFRET
C. R. Acad. Sc. Paris C274, 1423 (1972)
- 8 - M. Y. ADAM VIGIVERON, F. JORDI, H. ROULET
C. R. Acad. Sc. Paris B 269, 912 (1969)
- 9 - C. JOURDAN, J. L. BOUILLOT, G. GRANGE, H. J. LAITIERE
C. R. Acad. Sc; Paris C 271, 182 (1970)
- 10 - G. BARRERE
Bull. Soc. Franc. Miné. Crist. 80, 344 (1957)
- 11- K. LONSDALE
Phil. Trans. Roy. Soc. London Ser. A 240, 219 (1947)
- 12 - P. L. RYDER, H. HALBIG, W. PITSCH
Mikro. Chim. Acta supp. 2123 (1967)- Sup. 3, 201 (1968)
- 13 - R. TIXIER
Note 559 IRSID (1971)
- 14 - E. T. PETERS, R. E. OGILVIE
Trans AIME 233, 89 (1969)

- I5 - A. GUINIER
Théorie et technique de la radio cristallographie
DUNOD (1956)
- I6 - S. S. BRENNER
Acta. Metall. 4, 62 (1956)
- I7 - C. HERRING
Phys. Rev 82, 87 (1951)
- I8 - B. H. HEISE
J. App. Phys. 33, 938 (1962)
- I9 - H. YAKOWITZ
The Electron Microprobe John Wiley and Sons
N. Y. 417, 438 (1965)
- 20 - N. HARRIS, A. J. KIRKHAM
J. App. Cryst. 4, 232 (1971)
- 21 - R. COZIC, M. H. NGUYEN
J. Micros 18, 125 (1973)
- 24 - J. PHILIBERT, R. TIXIER, C. WACHE
Expé. Tech. Physik 6, 481 (1971)
- 25 - H. HALBIG, PL RYDER, W..PITSCH
Proc. Ve Cong. X ray optics and micro analysis
388 (1969) Berlin Springer
- 26 - Inter.Tables for X-ray crystallography . Vol.III
Kynoch Press Bir.Eng. (1967)
- 27 W. G. MORRIS
J. App Phys. 39, 1813 (1968)
- 28 - H. J. ULLRICH
Phys. Stat. Sol. 20 K 113 (1967)
- 29 - R. TIXIER, C. WACHE
Mem. Sci. Rev. Metall. 68, 499 (1971)
- 30 - M. N. SLRETTY
J. Phys. Soc. Jap. 24, 1264 (1968)
- 31 - R. R. HASIGUTI, E. YAGI, U. NISHIIKE, T. SAKAI
J. Crys. Grow 7, 117 (1970)
- 32 - . . REGIS
Acta Metall 17, 1281 (1969)

- 33 - T. S. NOGGLE, J. S. KOEHLER
Acta Metall 3, 260 (1955)
- 34 - T. IMURA
Bull. Univ. Osaka Prefecture A 5, 99 (1957)
- 35 - E. P. KOSTYNKOVA, E. L. PISHCHIK, B. M. ROVINSKII
Sov. Phys. Crist 15, 1032 (1971)
- 36 - D. M. VASIL'EV, S. A. IVANOV
Sov. Phys. Sol. Stat. 12, 1445 (1970)
- 37 - M. FROMENT, A. OSTROWIECKI
Métaux, corrosion industrie n° 487, 83 (1966)
- 38 - M. FROMENT, G. MAURIN, J. THEVENIN
Métaux, corrosion, industrie n° 536, 123 (1970)
- 39 - E. H. MILLS
Proc. R. Soc. A 26, 504 (1877)
- 40 - M. R. S. WYLLIE
J. Chem. Phy. 16, 52 (1948)
- 41 - J. B. KUSLINER
Metal finish 56, 52 (1958)
- 42 - H. P. MURBACH, H. WILMAN
Proc. Phy. Soc. Lond. B66, 911 (1953)
- 43 - H. S. STORY, R. W. HOFFMAN
Proc. Phys. Soc. Lond. B 70, 950 (1957)
- 44 - G. P. WEISS, D. O. SMITH
J. App. Phys. Suppl 33, 1166 (1962)
- 45 - W. A. JESSER, J. W. MATTHEWS, d. KUHLMANN-WILSDORF
App. Phys. Lett. 9, 176 (1966)
- 46 - E. R. THOMPSON, K. R. LAWLESS I 1.
Electrochim. Acta 14, 269 (1969)
- 47 - A. ZANKER
Plating 7, 701 (1971)
- 48 - E. R. THOMSON, K. R. LAWLESS
App. Phy. Lett 9, 138 (1966)
- 49 - J. POULIQUEN
Métaux, corrosion, industrie n°519,408 (1968)

- 50 - M. A. KRIVOGLAZ, K. P. RYABOSHAPKA
Fiz. Metal Metalloved 15, 18 (1963)
- 51 - N. HARRIS, A. TAYLOR, J. STRINGER
Acta metal 21, 1677 (1973)

ANNEXE

Détermination de l'orientation du cristal par la méthode de Pitsch

L'orientation de l'échantillon peut être déterminée sans que le centre du diagramme soit connu, on calcule ses coordonnées suivant une méthode simple proposée par Pitsch et Coll. [25].

Suivant cette méthode, on choisit sur le diagramme quatre points P_i ($i = 1, 4$) qui sont les intersections des lignes de KOSSEL $(hkl)_j$ ($j = 1, 2$) dont on connaît les indices (fig. 1). Les droites joignant ces points deux à deux se coupent en un point T ; on définit les vecteurs unités $\vec{r}_i$ et $\vec{r}_T$ portés par $\vec{SP}_i$ et $\vec{ST}$, la normale du cristal est donnée par la relation :

$$\vec{N} = \vec{r}_{12} \times \vec{r}_{34} \quad (A 1)$$

avec

$$\vec{r}_{12} = \frac{\vec{r}_1 - \frac{\sin \alpha}{\sin \varepsilon} \vec{r}_T}{\left| \vec{r}_1 - \frac{\sin \alpha}{\sin \varepsilon} \vec{r}_T \right|} \quad (A 2)$$

et

$$\vec{r}_{34} = \frac{\vec{r}_3 - \frac{\sin \gamma}{\sin \eta} \vec{r}_T}{\left| \vec{r}_3 - \frac{\sin \gamma}{\sin \eta} \vec{r}_T \right|} \quad (A 3)$$

Les vecteurs $\vec{r}_{12}$ et $\vec{r}_{34}$ sont portés par $P_1 P_2$ et $P_3 P_4$.
La précision des mesures est de l'ordre de dix minutes d'arc.

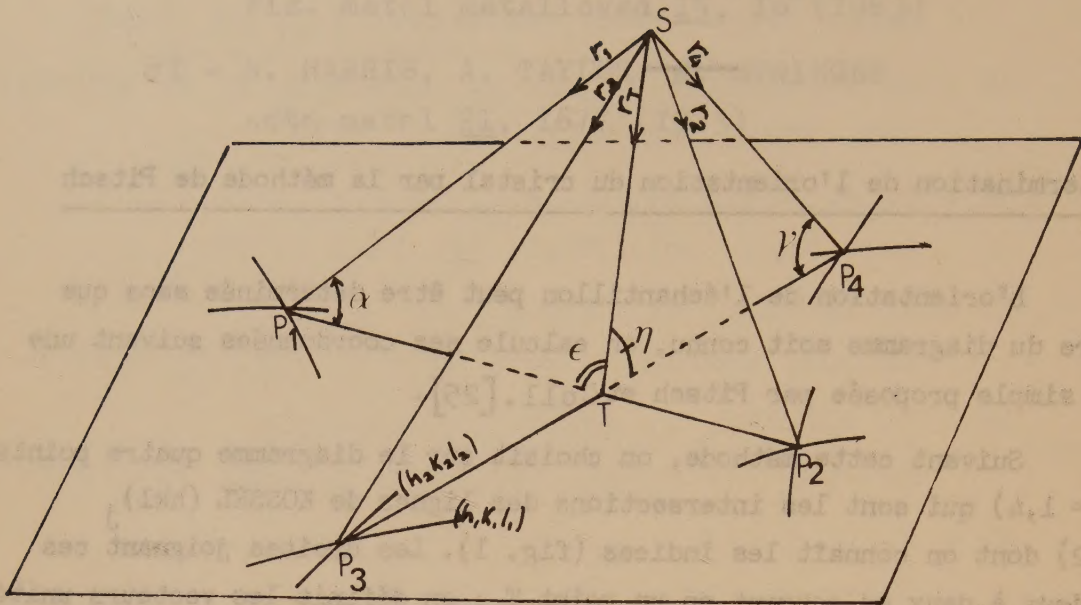


fig. AI-Détermination de l'orientation [25].

